

## Resumen

Los objetivos de este proyecto son la caracterización del comportamiento mecánico y químico de biomateriales para sustitución ósea.

En primero lugar hemos estudiado un implante dental de titanio cp. Hemos hecho ensayos mecánicos de fatiga y ensayos de corrosión. Ambos ensayos nos permiten asegurar que este implante tiene muy buenas propiedades mecánicas y electroquímicas, como una vida a fatiga de más de  $4 \cdot 10^6$  ciclos con  $F_{\max} = 600\text{N}$ , y una resistencia a la corrosión excepcional, debida a una gran capacidad de repasivación.

Después se trató también de diseñar aleaciones de titanio con bajo módulo de Young para aplicaciones médicas. Tenemos pocos resultados para esta parte.

Finalmente se han podido estudiar las buenas propiedades mecánicas de espumas de tántalo, como un módulo de elasticidad de 7,7 GPa y un límite de fatiga de 107,7 MPa. Se realizaron las curvas S-N (Stress-Number of cycles) y el límite se consideró alrededor de  $10^6$  ciclos de carga-descarga. Además destaca su excelente comportamiento biológico. En este último aspecto, se ha podido observar en una pieza de espuma de tántalo colocada a un paciente en el hueso, que en 15 días toda la superficie de tántalo estaba recubierta de hueso neoformado reduciendo la porosidad de la espuma. Por tanto, la espuma de tántalo ofrece un buen soporte estructural para el crecimiento de hueso y su integridad mecánica es buena a corto y según los resultados obtenidos de fatiga también a largo plazo.

Este proyecto muestra el desarrollo reciente de biomateriales con propiedades excepcionales.



## Agradecimientos

Quisiera agradecer al director de este proyecto: a Francisco Javier Gil Mur por ofrecerme la posibilidad de realizar mi proyecto en el grupo de biomateriales del departamento de ciencia de materiales e ingeniería metalúrgica, Por su ayuda y enseñanzas durante la realización del mismo.

Deseo agradecer a todas las personas que intervinieron en la realización de este proyecto, especialmente Pablo Sevilla, Conrado Aparicio, Jose Manero por sus explicaciones y disponibilidad.

Finalmente, mi agradecimiento a todas las personas del grupo biomateriales, a todos los proyectistas, doctorantes y el personal de los laboratorios.



# Índice

<b>RESUMEN</b>	<b>1</b>
<b>AGRADECIMIENTOS</b>	<b>2</b>
<b>INDICE</b>	<b>3</b>
<b>1. INTRODUCCIÓN</b>	<b>5</b>
<b>2. MATERIALES Y MÉTODOS</b>	<b>7</b>
2.1. Implantes de titanio	7
2.1.1. El titanio	7
2.1.2. La fatiga	11
2.1.3. La fatiga de los implantes	22
2.1.4. Observaciones al microscopio	25
2.1.5. Corrosión	28
2.2. Elaboración de aleaciones biocompatibles de bajo módulo de Young	32
2.2.1. Introducción: metalurgia física de las aleaciones de titanio	32
2.2.2. Aleaciones Ti-Zr	34
2.2.3. Aleaciones de Ti-Nb	35
2.2.4. Proceso de fabricación de las aleaciones	37
2.3. Fatiga, osteointegración y toxicidad de barras de Tántalo Poroso	40
2.3.1. El Tántalo	40
2.3.2. La fatiga	45
2.3.3. La osteointegración	46
<b>3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	<b>48</b>
3.1. Implantes dentales	48
3.1.1. microestructura	48
3.1.2. Curva S-N de fatiga	50
3.1.3. Micrografías de fractura	52
3.1.4. Comportamiento electroquímico	56
3.2. Implantes de tántalo	59
3.2.1. Macroestructura	59
3.2.2. Microestructura	60
3.2.3. Propiedades mecánicas	61
3.2.4. Estudio de la osteointegración	63
<b>4. CONCLUSIÓN</b>	<b>67</b>



---

## **BIBLIOGRAFÍA**

---

**68**



## 1. Introducción

Los metales son utilizados como biomateriales porque tienen muy buenas propiedades mecánicas y sobre todo tenacidad. Algunos electrones son independientes en los metales y pueden rápidamente transferir una carga eléctrica o una energía térmica. Los electrones libres y móviles se comportan como fuerzas de enlace para mantener los iones metálicos positivos juntos. Esta atracción es fuerte porque los átomos son dispuestos de manera compacta, eso hace una gravedad específicamente alta y un punto de fusión alto. Como la enlace metálica no es direccional, la posición de los iones metálicos puede ser modificada sin destruir la estructura del cristal. Eso hace un sólido que se puede deformar plásticamente.

Algunos metales son utilizados como **sustitutos pasivos** para reemplazar tejidos duros como cadera y articulación de rodilla, como **ayuda de reconstitución de fractura** como placas de hueso y tornillos, **dispositivo de fijación de vértebras**, y **implantes dentales**, porque tienen **muy buenas propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión**. Algunas aleaciones metálicas son utilizadas para funciones más activas.

La primera aleación metálica desarrollada especialmente para el cuerpo humano fue el "acero Vanadium" que estaba utilizada para fabricar placas de fractura de hueso (Shermann) y tornillos. La mayor parte de los metales como Fe, Cr, Co, Ni, Ti, Ta, Nb, Mo, W que son utilizados para hacer implantes pueden solamente quedar en el cuerpo en pequeñas cantidades, pero tienen muy buenas propiedades mecánicas como ser muy resistente, duro y dúctil. La desventaja es que se pueden corroer. Se utilizan en aleaciones de Ti para mejorar las propiedades mecánicas, en cantidades bastante pequeñas para que no afecten el sistema inmunitario.

El titanio es un elemento de transición, como el hierro, el níquel o el cobalto, cuya estructura electrónica permite que el titanio forme soluciones sólidas con muchos elementos sustitucionales, con un factor de tamaño atómico de hasta un 20%. Desde un primer momento, ha sido clasificado como metal ligero, a pesar de que su densidad de  $4,51 \text{ g.cm}^{-3}$  es casi el doble de la densidad del aluminio, debido a su excelente relación entre resistencia mecánica/densidad. Además, todos los estudios realizados muestran que la biocompatibilidad del titanio es excelente. Esta propiedad, unida al elevada resistencia a la corrosión, lo convierten en un metal excelente para su uso en prótesis articulares, implantes dentales y en otras aplicaciones en Medicina.

El tántalo es candidato para implantes que tienen que soportar una carga elevada, porque tiene propiedades electroquímicas mayores que las de los otros materiales normalmente utilizados para hacer implantes: desde mediados de los 80, varios tipos de



materiales osteoconductivos y osteoinductivos han sido investigados, desarrollados y comercializados. Muchos de estos son polímeros reabsorbibles así como cerámicas y cementos. Sin embargo, estos materiales no presentan unas buenas propiedades mecánicas como biomateriales estructurales, unas veces por su comportamiento viscoelástico o bien por su falta de resistencia y tenacidad. Las espumas de tántalo vienen a cubrir esta necesidad ya que presentan un excelente comportamiento respecto al crecimiento óseo a corto plazo y unas buenas propiedades mecánicas.

Para las aplicaciones biomédicas, las dos propiedades que son los más importantes son la resistencia (mecánica), tenacidad y la resistencia a la corrosión. Las propiedades mecánicas dependen mucho de la microestructura. Esta dependencia es tan grande que es uno de las bases de la ciencia de los materiales para controlar las propiedades mecánicas modificando la microestructura. En este proyecto, vamos a estudiar algunas propiedades mecánicas y químicas de nuestros biometales, la más importante será la vida a fatiga.

No es raro ver materiales que se fracturan aunque las tensiones aplicadas sean menores que las tensiones de rotura del material. Eso pasa cuando las cargas son aplicadas y retiradas para un gran número de ciclos. Una carga repetitiva puede producir microfisuras que se propagan poco a poco en cada ciclo. Las tensiones al punto de la fisura o en una esquina puntiaguda son localmente realzadas por el efecto de la carga repetida. Estas tensiones locales sobrepasan la resistencia del metal alrededor de una pequeña región. Este fenómeno es responsable de la propagación progresiva de las fisuras hasta la rotura cuando la superficie final está demasiado pequeña. Hacemos la fatiga ensayando un grupo de probetas idénticas en compresión cíclica con diferentes fuerzas. El número de ciclos antes la rotura corresponde a una fuerza. Para el diseño consideramos que las tensiones que no representan un peligro demasiado grande son las que encontramos después  $10^6$  o  $10^7$  ciclos. Estas tienen que ser  $1/3$  o  $1/4$  de las tensiones con un ciclo único. La determinación de las propiedades mecánicas es indispensable para el diseño y la comprensión de las estructuras. Los que hacen el diseño tienen que guardar las tensiones por debajo del umbral de fatiga.

Los objetivos de este estudio son:

- Fatiga y corrosión de implantes de Titanio para aplicaciones dentales
- Elaboración de nuevas aleaciones de bajo módulo de Young de base titanio
- Fatiga, osteointegración y toxicidad de barras de Tántalo Poroso



## 2. Materiales y métodos

### 2.1. Implantes de titanio

#### 2.1.1. El titanio

##### 2.1.1.1. Historia

El titanio fue descubierto en 1791. Es el noveno elemento más abundante en la corteza de la Tierra, con una concentración media del 0,8% en peso, si bien su existencia en concentraciones que permitan una extracción económicamente viable no es muy frecuente, excepto como rutilo ( $\text{TiO}_2$ ) e limeñita ( $\text{FeOTiO}_2$ ). Debido a su elevada reactividad, no se obtuvo una muestra impura hasta 1887. A pesar de que se intentó obtener este metal en forma pura durante mucho tiempo, ello no se logró hasta el año 1910, mediante la reducción del compuesto  $\text{TiCl}_4$  con sodio, si bien las cantidades obtenidas eran muy reducidas. En 1937 Kroll desarrolló un proceso para la obtención de titanio consistente en la reducción del compuesto tetracloruro de titanio con magnesio en una atmósfera de argón para evitar la oxidación. Este fue el primer proceso que permitió la obtención de cantidades apreciables de titanio puro, y es el método utilizado en la actualidad. En la década de los años cincuenta el gobierno de los EAU potenció los estudios relativos al titanio y a sus aleaciones, ya que, debido a sus excelentes propiedades, caracterizadas por una densidad reducida, una excelente relación resistencia mecánica/densidad y un buen comportamiento a altas temperaturas, las aleaciones del titanio constituyen un material muy útil en los campos de la industria aeroespacial y militar. En la década de los sesenta se amplió su uso a otras aplicaciones, como la industria química, debido a su excelente resistencia a la corrosión. Esta resistencia es causada por una capa de pasivado formada por óxidos de titanio, que se forman espontáneamente en la superficie del titanio al entrar en contacto con la atmósfera. Otras aplicaciones estudiadas del titanio y sus aleaciones son las aplicaciones estructurales en ambientes salinos, por su resistencia a la corrosión y en el campo de los biomateriales, gracias a su excelente biocompatibilidad. Actualmente el titanio se utiliza principalmente en la industria aeroespacial, en la industria química y en aplicaciones médicas, entre otras. Cabe destacar que sólo un 10% de la producción total se destina a la obtención de titanio en forma metálica. El 90% se destina a la fabricación de dióxido de titanio, el cual es usado en forma de pintura protectora antióxido. Del 10% restante, el 50% es utilizado para la fabricación de la aleación Ti6Al4V.

##### 2.1.1.2. Propiedades físicas del titanio

La tabla siguiente da un resumen de sus propiedades físicas:



Número atómico	22
Peso atómico	47,88 g·mol <sup>-1</sup>
Volumen atómico	10,6 Å <sup>3</sup>
Radio covalente	1,32 Å
Primer potencial de ionización	6,83 eV
Valencia	2, 3, 4
Punto de fusión	1.670 °C
Punto de ebullición	3.260° C
Estructura cristalina	α (HCP) para T < 882° C
	β (BCC) para T > 882° C
Parámetros de red cristalina	α: a= 0,295 nm; c= 0,468 nm
	β: a= 0,332 nm (a 900° C)
Temperatura de transición α-β	882 °C
Densidad	fase α (20° C): 4,51 g·cm <sup>-3</sup>
	fase β (885° C): 4,35 g·cm <sup>-3</sup>
Capacidad calorífica	523 J/kg·° C
Conductividad térmica	17 W/m·° C
Coeficiente de expansión térmica (a 20° C)	8,41 x 10 <sup>-6</sup> /° C
Conductividad eléctrica (relativa al cobre)	0,031
Resistividad eléctrica	0,0026 Ω·m
Susceptibilidad magnética (K)	1,25 x 10 <sup>-6</sup>

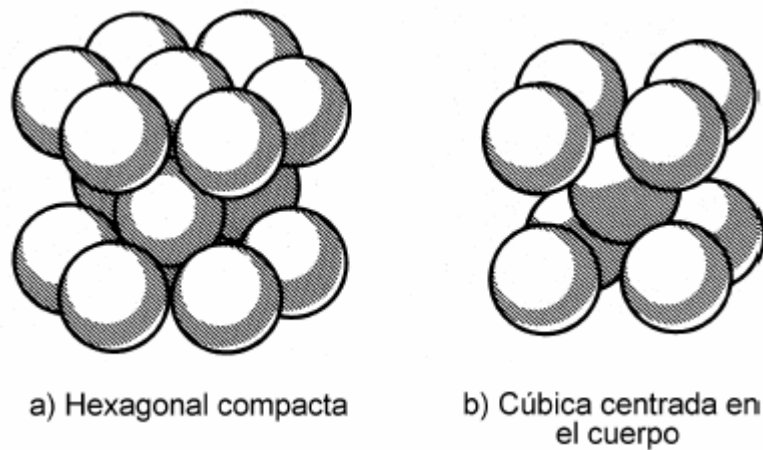
#### 2.1.1.2.1 Características de las aleaciones de titanio

El titanio es el único metal ligero que presenta dimorfismo, ya que en estado puro su estructura compacta hexagonal (fase α) presenta una transformación alotrópica a 882° C,





pasando a una microestructura cúbica centrada en el cuerpo (fase  $\beta$ ). En equilibrio, la estructura  $\beta$  es inestable a temperaturas menores a 882° C, descomponiéndose de nuevo en la fase  $\alpha$  al enfriar el titanio por debajo de la temperatura de transición (*Fig. 1*). Esta transformación ofrece la posibilidad de obtener aleaciones con microestructuras de tipo  $\alpha$ ,  $\beta$  ó  $\alpha/\beta$ , dependiendo de los elementos aleantes que estabilizan una u otra fase. Según la capacidad de los aleantes de estabilizar la fase  $\alpha$  ó  $\beta$ , se definen tres tipos de aleaciones de titanio: las aleaciones tipo  $\alpha$ , aleaciones tipo  $\alpha/\beta$  y aleaciones  $\beta$ . Las aleaciones tipo  $\alpha/\beta$  se suelen clasificar a su vez en casi- $\alpha$ , cuando tiene una estructura esencialmente  $\alpha$  a temperatura ambiente, y casi- $\beta$ , cuando la estructura a temperatura ambiente es mayoritariamente  $\beta$ . La manipulación de estas variaciones cristalográficas mediante adición de aleantes y procesos termomecánicos da lugar a un amplio rango de aleaciones y propiedades.



*Fig. 1: Estructuras cristalinas*

#### 2.1.1.2.2 El titanio cp

La elevada reactividad del titanio dificulta la obtención del metal puro, por lo que en aplicaciones comerciales se trabaja con titanio denominado comercialmente puro (cp), con diferentes niveles de impurezas presentes en su composición. La normativa de la American Society for Testing Materials (ASTM) clasifica el titanio cp en cuatro grados, definidos por la concentración presente de otros elementos, como se muestra en la tabla 1.



## Composición [wt%]

	N	C	O	Fe	H	Ti
Grado 1	0,03	0,10	0,18	0,20	0,0125	bal.
Grado 2	0,03	0,10	0,25	0,30	0,0125	bal.
Grado 3	0,05	0,10	0,35	0,30	0,0125	bal.
Grado 4	0,05	0,10	0,40	0,50	0,0125	bal.

*Tabla 1: Clasificación del titanio según la norma ASTM F67.*

Esta elevada reactividad del titanio con el oxígeno origina la rápida formación de una capa superficial de óxido. Los óxidos formados van desde el  $\text{TiO}$  hasta el  $\text{Ti}_7\text{O}_{12}$ , cada uno de los cuales muestran una gradación diferente, y para capas delgadas, muestran una superficie multicolorada. Esta capa de óxido, si bien es muy delgada, también es sumamente impermeable. De esta forma, el metal queda protegido por una capa inerte que lo protege de la corrosión. Esta notable propiedad hace del titanio un material ideal para su uso en ambientes corrosivos. Las propiedades mecánicas del titanio también dependen fuertemente de su grado de pureza. Por ello, las propiedades mecánicas del titanio metal y las del titanio comercialmente puro presentan ciertas diferencias, debidas básicamente a las variaciones de la concentración química de los diferentes grados mostrada en la tabla 1. Las propiedades mecánicas para los distintos grados se muestran en la tabla 2. Al observar los valores de la Tabla 2, se puede constatar que la resistencia máxima a fractura aumenta con la adición de elementos aleantes en la red cristalina del titanio, si bien también se produce una disminución de la elongación. También es posible, como se ha comentado, realizar tratamientos térmicos con transformación total o parcial, y endurecer por acritud. Sin embargo, sus propiedades mecánicas son limitadas para ciertas aplicaciones. Por ello, su uso como biomaterial se centra en el campo de los implantes y equipamiento odontológico, así como recubrimiento poroso para otras aleaciones de titanio.



Grado	Resistencia a la tracción [MPa]	Límite elástico [MPa]	Elongación [%]
1	240	170	24
2	345	275	20
3	450	380	18
4	550	483	15

*Tabla 2: Propiedades mecánicas de los cuatro grados de titanio cp.*

### 2.1.1.3. Microestructuras

Al igual que en todas las aleaciones monofásicas, la microestructura del titanio cp depende del trabajado en frío y del proceso de recocido realizado. Además, si se enfría el material desde temperaturas superiores a la temperatura de  $\beta$ -transus, la microestructura también es influenciada por la velocidad de enfriamiento. Todos estos factores hacen posible la obtención de tres microestructuras diferentes del titanio cp: la microestructura equiaxial  $\alpha$ , la microestructura martensítica con celda hexagonal, denominada fase  $\alpha'$ , y una tercera microestructura en forma de placas llamadas de Widmanstätten.

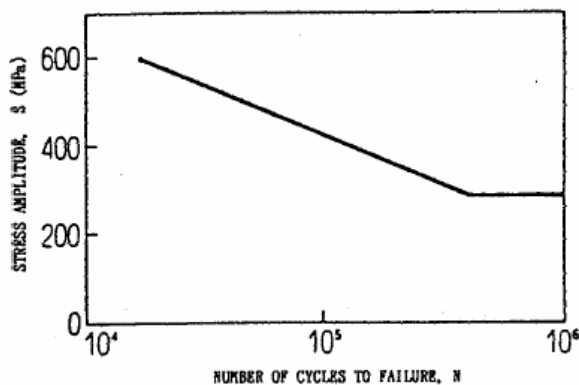
## 2.1.2. La fatiga

### 2.1.2.1. Características generales

La fatiga es una forma de fractura que se produce en estructuras sujetas a tensiones dinámicas y fluctuantes (Ej. Puentes, aviones y componentes de máquinas). Bajo estas circunstancias es posible que la fractura se produzca a niveles de tensiones considerablemente bajas. El término fatiga es usado debido a que este tipo de fractura normalmente se produce después de un período de tensiones repetitivas o cíclicas. Se estima que la fatiga comprende aproximadamente un 90% de todas las fracturas metálicas, siendo de tipo catastrófica y ocurriendo rápidamente sin aviso. Los cerámicos son también susceptibles a este tipo de fractura. La fractura por fatiga es semejante en naturaleza a la fractura frágil aún en metales normalmente dúctiles en los que hay muy poco, o ninguna deformación plástica asociada con la fractura. Las etapas del proceso son la iniciación y



propagación de fisuras. Generalmente la superficie de fractura es perpendicular a la dirección de las tensiones de tracción aplicadas. Se han experimentado muchos ejemplos de fractura por fatiga. Quizá, el primero realmente apareció en 1829, el famoso cohete de George Stephenson en Inglaterra. A mediados del S. XIX la frecuencia de uso de locomotoras se incrementó y los accidentes de descarrilamiento comenzaron a incrementarse debido a la rotura de los ejes. Muchos estudios fueron llevados a cabo para mejorar el diseño de los componentes sometidos a cargas repetitivas. Otro accidente registrado es el del Comet el cual fue el primer avión de pasajeros comerciales desarrollado en Inglaterra puesto en servicio en 1952. Al principio este servicio fue bueno, pero uno de ellos se quebró en el aire en mayo de 1953 y nuevamente en enero y abril de 1954 sucesivamente. Después de la examinación del accidente se concluyó que esto se debía a fracturas por fatiga debido a la presurización de las cabinas. El tercero, es el del Boeing 747 SR, JAL Vuelo N 123 el cual se estrelló en agosto de 1985, en donde 520 pasajeros murieron y 4 pasajeros sobrevivieron milagrosamente. Este accidente es muy importante desde el punto de vista de ensayos no destructivos, debido a que no se conocía que las fisuras por fatiga se fueran propagando en una pared hermética para presurizar y excedieron la longitud de fisura crítica y finalmente el avión se estrelló. A. Whoeler llevó a cabo experimentos sistemáticos sobre lo así llamado fatiga durante 1852 y 1870. El introdujo la curva S- N (Tensión- Número de Ciclos) (llamadas curvas de Whoeler), lo cual representa una de las características básicas de fatiga (*Fig. 2*). Estas curvas dan la relación entre la amplitud de las tensiones cíclicas y un número de ciclos para su rotura.



*Fig. 2: Ejemplo de curvas de S-N para un acero*

#### 2.1.2.2. Tensiones cíclicas

Las tensiones aplicadas pueden ser de naturaleza: axial (tensión- compresión), flexionales (flexión) o torsionales. En general son posibles tres modos diferentes de



fluctuaciones tensión-tiempo. La figura 2 muestra que el nivel de tensiones puede variar al azar en amplitud y frecuencia como. La tensión amplitud media  $\sigma_m$  esta definida como el promedio de las tensiones máximas y mínimas en el ciclo y dadas por la siguiente ecuación:

$$\sigma_m = (\sigma_{\max} + \sigma_{\min}) / 2$$

Además, el rango de tensiones,  $\sigma_r$ , es sólo la diferencia entre  $\sigma_{\max}$  y  $\sigma_{\min}$  dado por la ecuación:

$$\sigma_r = \sigma_{\max} - \sigma_{\min}$$

La tensión amplitud  $\sigma_a$  es solamente la mitad de este rango de tensiones y dado por la ecuación:

$$\sigma_a = (\sigma_{\max} - \sigma_{\min}) / 2$$

Finalmente la relación de tensiones R es la relación entre la amplitud de las tensiones mínima y máxima, dada por:

$$R = +\sigma_{\min} / \sigma_{\max}$$

Por convención las tensiones de tracción son positivas y las de compresión son negativas. Por ejemplo para un ciclo de inversión completa, el valor de R es -1.

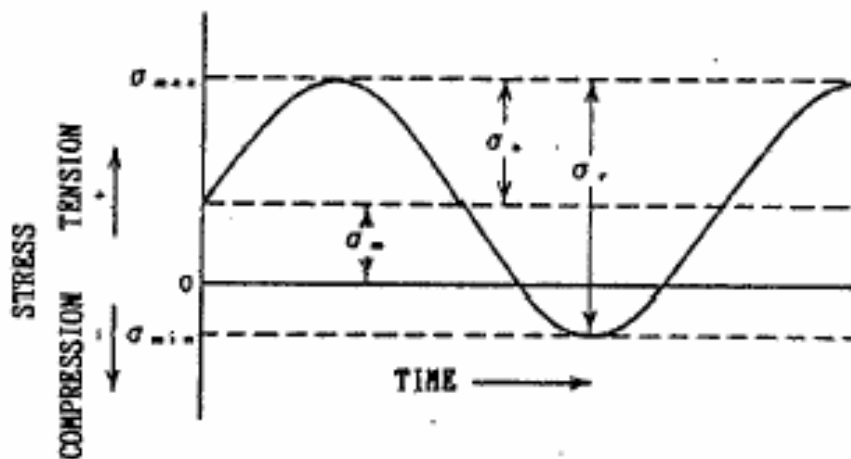


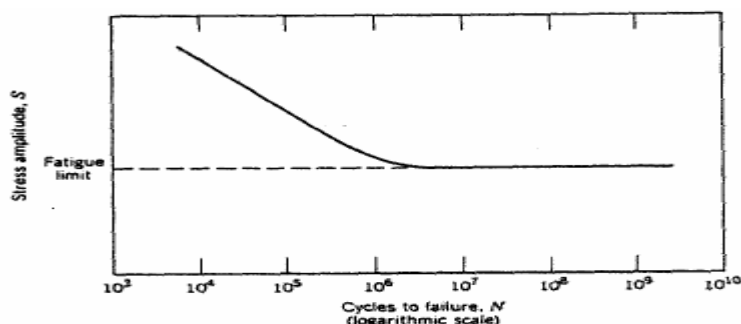
Fig. 2: Ciclos de tensiones repetitivas

#### 2.1.2.3. La curva S-N de Whoeler

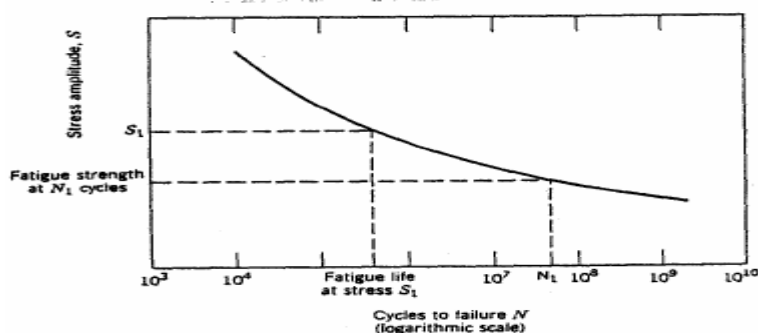
Las propiedades de la fatiga de los materiales pueden ser determinadas a partir de ensayos de simulación en el laboratorio. El equipo de ensayo debería ser diseñado para duplicar tanto como sea posible, las condiciones de servicio (nivel de tensiones, frecuencia de tiempo, patrón de tensiones, etc.)



Las series de ensayos se comienzan sometiendo a la pieza a ensayar a tensiones cíclicas con una amplitud de las tensiones máximas relativamente altas, usualmente en el orden de dos tercios de la tensión de tracción estática, contándose el número de ciclos a la rotura. Este procedimiento se repite en otras probetas disminuyendo progresivamente la amplitud de las tensiones máximas. Se representan los datos como tensión versus el logaritmo del número de ciclos a la rotura para cada una de las probetas. Los valores de  $S$  se toman normalmente como amplitud de tensiones. Los dos tipos del comportamiento observados en la relación S-N, son representados en la figura 3.



a) material que muestra un límite de fatiga.



b) Material que no muestra un límite de fatiga

Fig. 3: Dos tipos de curvas S-N

En estos gráficos se indican las magnitudes de tensiones más altas, y el menor número de ciclos que el material es capaz de soportar antes de su fractura. Para algunas aleaciones férricas y de titanio, las curvas de Whoeler mostrada en la Fig. 3(a) se hace horizontal para altos valores de  $N$ , o hay un límite de nivel de tensiones, llamado **límite de fatiga**, debajo del cual la fractura por fatiga no ocurre. Este límite de fatiga representa el mayor valor de tensiones fluctuantes que no causará fractura para teóricamente un número infinito de ciclos. Para muchos aceros, los límites de fatiga están entre el 35 y 60% de la tensión de tracción. La mayoría de las aleaciones no férricas (por ejemplo aluminio, cobre, magnesio) no presentan un límite de fatiga, la curva S-N continúa su tendencia descendente



a grandes valores de  $N$  como se muestra en la Fig. 3(b). En esta situación se producirá indefectiblemente la fractura por fatiga sin considerar la magnitud de las tensiones. Para estos materiales se especifica la tensión de fatiga, la cual está definida como el nivel de tensiones que producirá fractura en algún determinado número de ciclos (por ejemplo  $10^7$  ciclos).

Otro parámetro importante que caracteriza el comportamiento a la fatiga de los materiales es la vida a la fatiga  $N_f$ , definido como el número de ciclos para causar fractura a un nivel especificado de tensiones, como también se indica en la Fig. 3(b). Desafortunadamente existe una dispersión considerable en los datos de fatiga, esto es, una variación en los valores medidos de  $N$  para un número de probetas ensayadas en los mismos niveles de tensiones. Esto puede guiar a incertidumbres en el diseño cuando se consideran vida a la fatiga y/o límite de fatiga. La dispersión de los resultados es consecuencia de la sensibilidad de la fatiga al número de ensayos y parámetros del material, imposibles de controlar precisamente. Estos parámetros incluyen fabricación de la pieza de ensayo, preparación de la superficie, variables metalúrgicas, alineación de las probetas en el equipo de ensayo, tensiones a las que está sujeta, y frecuencia del ensayo. Se han desarrollado algunas técnicas estadísticas usadas específicamente en vida a la fatiga y límite de fatiga en términos de probabilidades. El comportamiento a la fatiga representado en la Fig. 3 se puede clasificar dentro de dos dominios. Uno está asociado con cargas relativamente altas que producen no sólo deformación elástica sino también deformación plástica durante cada ciclo. Consecuentemente, las vidas a la fatiga son relativamente cortas; este dominio es llamado fatiga de bajos ciclos y se produce a valores menores que  $10^4$   $10^5$  ciclos. Para niveles de tensiones menores en las cuales sólo hay deformación totalmente elásticas, se obtienen vidas más prolongadas. Esto se llama fatiga de altos ciclos en los cuales se requiere mayor número de ciclos para que se produzca la fatiga. La fatiga de altos ciclos está asociada con vidas a la fatiga mayores a  $10^4$   $10^5$  ciclos.

#### 2.1.2.4. Iniciación y propagación de fisura

El proceso de fractura por fatiga está caracterizado por tres etapas distintivas:

1. **Iniciación** de fisura, donde se forma una pequeña fisura en lugares con alta concentración de tensiones.
2. **Propagación** de fisura, durante la cual la fisura avanza incrementalmente con cada ciclo de tensiones.



3. **Fractura final**, la que ocurre muy rápidamente una vez que la fisura en avance ha alcanzado un tamaño crítico o excesiva deformación plástica). Así la vida a la fractura o el número total de ciclos para la fractura, se puede tomar como la suma de los ciclos requeridos para la iniciación  $N_i$  más los de propagación  $N_p$ :

$$N_{\text{total}} = N_i + N_p$$

La contribución de la etapa de fractura final es insignificante ya que ella se produce muy rápidamente. Las proporciones relativas a la vida total de  $N_i$  y  $N_p$ , dependen del material en particular y de las condiciones de ensayo. A niveles bajos de tensiones (por ejemplo para fatiga de altos ciclos), una gran fracción de la vida a la fatiga se utiliza en la iniciación de la fisura. Cuando se incrementan los niveles de tensiones,  $N_i$  disminuye y las fisuras se forman más rápidamente. Así para fatiga de bajo ciclos (alto nivel de tensiones), la etapa de propagación es predominante (por ejemplo  $N_p > N_i$ ). Las fisuras asociadas con la fractura por fatiga casi siempre se inician (o nuclean) sobre la superficie de la pieza en algún punto de concentración de tensiones. Los sitios de nucleación de fisuras incluyen ralladuras, filetes de maquinado, rugosidades, filetes, dentados, etc... Además las cargas cíclicas pueden producir discontinuidades superficiales microscópicas resultado del deslizamiento de dislocaciones las cuales también pueden actuar como concentradores de tensiones, y ser iniciadores de fisuras.

Una vez que una fisura estable ha nucleado, comenzara a propagar inicialmente muy despacio y, en metales policristalinos, a lo largo de planos cristalinos con altas tensiones de corte. A esto algunas veces se la llama etapa I de propagación como se muestra en la figura 4.





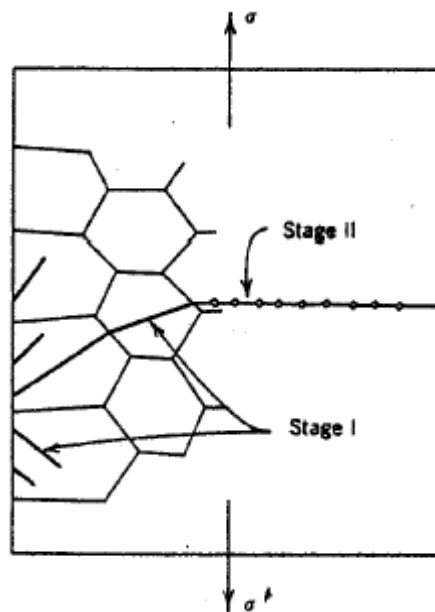


Fig. 4 : Representación esquemática que muestra las Etapas I y II de la propagación de fisuras por fatiga en metales policristalinos.

#### 2.1.2.5. Factores que afectan la vida a la fatiga

##### 2.1.2.5.1 Tensiones medias

La dependencia de la vida a la fatiga con respecto a la amplitud de tensiones se representa en el gráfico S-N. Normalmente se toman para tensiones medias constantes  $\sigma_m$ , pero las normas para los implantes dentales especifican el contrario. Sin embargo, las tensiones medias, también afectarán la vida a la fatiga, cuya influencia puede ser representada por una serie de curvas S-N, medidas a diferentes  $\sigma_m$ . El incremento del nivel de tensiones medias conduce a un decremento en la vida a la fatiga.

##### 2.1.2.5.2 Efectos de la superficie

Para muchas situaciones de cargas, las máximas tensiones en un componente o estructura se producen en su superficie. Consecuentemente, la mayoría de las fisuras que llevan a la fractura por fatiga, se originan en la superficie., específicamente en lugares de concentración de tensiones. Por esto se ha observado que la vida a la fatiga es especialmente sensible a las condiciones y configuración de la superficie de los componentes. Numerosos factores influyen sobre la resistencia a la fatiga y el manejo ingenieril apropiado guiará a un mejoramiento en la vida a la fatiga. Esto incluye tanto los criterios de diseño, como así también los tratamientos superficiales.



#### 2.1.2.5.3 Factores de diseño

El diseño de un componente puede tener una influencia significativa en sus características a la fatiga. Cualquier entalla o discontinuidad puede actuar como un concentrador de tensiones y luego sitio de origen de fisuras. Estas características de diseño incluyen acanaladuras, agujeros, filetes, etc. La forma de la discontinuidad (por ejemplo el tamaño del radio de curvatura) actuará como un mayor o menor concentrador de tensiones. La probabilidad de fractura por fatiga puede ser reducida evitando (siempre que sea posible), estas irregularidades, o haciendo modificaciones de diseño en donde los contornos cambian abruptamente de tal forma que, las esquinas sean eliminadas, suavizando sus radios de curvatura, por Ej. un cambio en el diámetro.

#### 2.1.2.5.4 Tratamientos superficiales

Durante las operaciones de maquinado, pequeños rayones y entallas se introducen invariablemente en la superficie de la pieza por acción de las herramientas de corte. Estas marcas pueden limitar la vida a la fatiga. Se ha observado que mejorando la terminación superficial por pulido se alcanza un incremento significativo en la vida a la fatiga. Uno de los métodos más efectivos de incrementar el rendimiento a la fatiga es introduciendo tensiones de compresión residuales en una fina capa externa de la superficie. Así las tensiones de tracción superficiales de origen externo serán parcialmente contrarrestadas y reducidas por las tensiones residuales de compresión. El efecto neto es que se reduce la probabilidad de la formación de fisuras y por lo tanto la fractura por fatiga. Las tensiones residuales compresivas son comúnmente introducidas, en metales dúctiles, mecánicamente por deformación plástica localizada en la región superficial. Comercialmente, esto se lleva a cabo a través de un método llamado "shot peening". Partículas duras (shot) y pequeñas con diámetros en el rango de 0,1 a 1,0 mm son proyectadas a alta velocidad sobre la superficie a tratar. El resultado de la deformación induce tensiones compresivas a una profundidad entre un cuarto a la mitad del diámetro de las partículas. Endurecimiento en caja Esta es una técnica por la cual se alcanza el endurecimiento de la superficie y la vida a la fatiga en aleaciones de acero. Esto se lleva a cabo por un proceso de carburación o nitruración por medio de la exposición del componente a una atmósfera carburante o nitrurante a elevada temperatura. La capa externa es enriquecida en carbono o nitrógeno a través de un proceso de difusión atómica a partir de una fase gaseosa. La capa superficial es normalmente del orden de un milímetro en profundidad y es más dura que el interior del material. El mejoramiento de las propiedades de fatiga proviene del incremento de la dureza de la capa superficial, además de las deseadas tensiones residuales compresivas del proceso de carburación y de nitruración.



Esta etapa puede constituir una fracción grande o pequeña del total de la vida a la fatiga dependiendo del nivel de tensiones y naturaleza de la pieza en ensayo. Altas tensiones y la presencia de entallas favorece una duración de la etapa I corta. En la etapa I en metales policristalinos, las fisuras se extienden a través de sólo algunos granos. La superficie de fatiga que se forma en esta etapa tiene una apariencia plana y sin características. Una segunda etapa de propagación (etapa II) comienza mientras que la velocidad de propagación de la fisura aumente pronunciadamente. Además, en este punto hay también un cambio en la dirección de propagación siendo globalmente perpendicular a las tensiones aplicadas (Fig. 4). Durante esta etapa de propagación, el crecimiento de la fisura se produce por un proceso repetitivo de redondeo y afinado de la punta de la fisura, mecanismo que se ilustra en la figura 5. Al comienzo del ciclo de tensiones (carga cero), la punta de la fisura tiene la forma de una entalla doble (Fig. 5 (a)). A medida que la tensión de tracción se aplica (Fig. 5 (b)), se produce una deformación localizada de las puntas de las entallas a lo largo de planos de deslizamiento que están orientados en un ángulo a  $45^\circ$  relativos al plano de la fisura. Con el incremento del ancho de la fisura, la punta avanza continuamente por una deformación por corte, tomando una forma redondeada (Fig. 5(c)). Durante la compresión, la dirección de la deformación por corte se invierte (Fig. 5(d)) hasta que, cuando culmina el ciclo, se ha formado una nueva punta con doble entalla (Fig. 5(e)). Así la punta de la fisura ha avanzado la distancia de una entalla durante el transcurso de un ciclo completo. Este proceso se repite con cada ciclo, hasta que se alcance eventualmente algún tamaño de fisura crítico lo cual precipitará la etapa del final y fracturará catastróficamente.

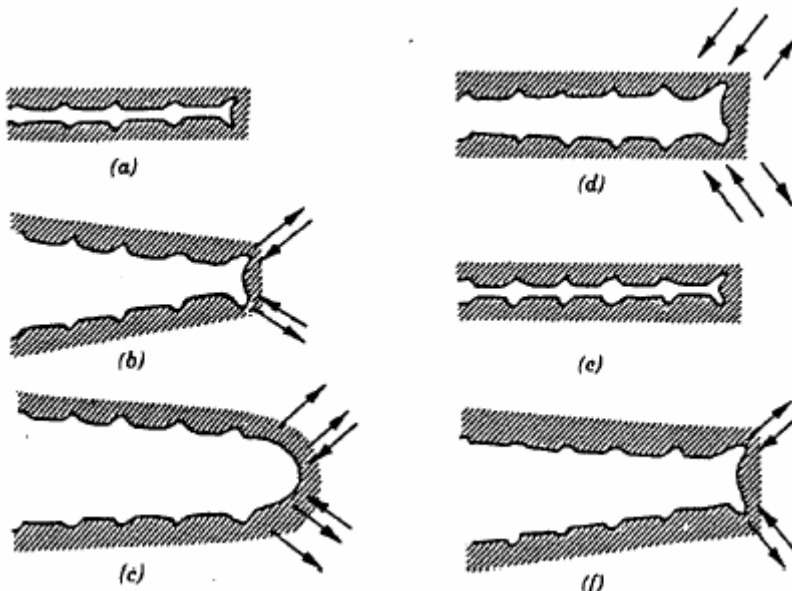


Fig. 5: Ilustración esquemática de los mecanismos de propagación de fisuras (etapa II)



- 
- a) Carga cero.
  - b) Carga de tracción pequeña
  - c) Carga de tracción máxima
  - d) Carga compresiva pequeña
  - e) Carga compresiva máxima
  - f) Carga de tracción pequeña

La región de la superficie de fractura formada en la etapa II de propagación puede ser caracterizada por dos tipos de marcas llamadas **marcas de playas** y **estriaciones**. Ambas indican la posición de la punta de la fisura en algún momento y aparecen como anillos concéntricos que se expanden a partir del punto o puntos de iniciación, frecuentemente dando un patrón circular o semicircular. Las marcas de playas, son de dimensiones macroscópicas y se pueden observar a simple vista. Estas marcas se encuentran en componentes que han experimentado interrupciones durante la etapa II de propagación, como por ejemplo una máquina que ha interrumpido el trabajo por cambio de operario. Cada banda de marca de playa representa un período de tiempo durante el cual la fisura ha crecido. Por otro lado, las estriaciones de fatiga son de tamaño microscópico y solo observadas con SEM. Se piensa que cada estriación representa la distancia de avance del frente de fisura durante un ciclo de carga simple. El ancho de las estrías depende y se incrementa con el aumento del rango de Tensiones. Se debe enfatizar que aunque las marcas de playas y estrías, que son características de la superficie de fractura por fatiga, tienen apariencia similar, ellas son diferentes en cuanto a su origen y tamaño. Puede haber miles de estrías dentro de una sola marca de playa. Frecuentemente, la causa de la fractura por fatiga se puede deducir después del examen de las superficies de fractura. La presencia de marcas de playas y/o estrías sobre la superficie de fractura confirma que la causa ha sido por fatiga, no obstante, la ausencia de una o de ambas marcas no excluye a la fatiga como causa de la fractura. Cuando la fractura se produce rápidamente, no aparecerán marcas de playas y estrías. Además, la fractura puede ser dúctil o frágil; cuando hay evidencias de deformación plástica se tomara como dúctil y en su ausencia como fractura frágil.



**2.1.2.6. Efectos ambientales**

Los factores ambientales tales como: térmicos y corrosivos pueden también afectar el comportamiento a la fatiga de los materiales. La fatiga térmica se produce normalmente a elevadas temperaturas por tensiones térmicas fluctuantes; no siendo necesaria la presencia de tensiones mecánicas externas.

Cuando la fractura se debe a la acción simultánea de tensiones cíclicas y ataque químico se llama fatiga por corrosión. Los ambientes corrosivos tienen una influencia negativa y producen vidas de fatiga cortas. Aún el ambiente atmosférico normal afectará el comportamiento a la fatiga de algunos materiales. Pequeñas picaduras (pit) pueden formarse como resultado de reacciones químicas entre el medio ambiente y el material, los cuales sirven como puntos de concentración de tensiones y por lo tanto como sitios para la nucleación de fisuras. Además, la velocidad de propagación de fisuras se aumenta como el resultado de un ambiente corrosivo.

La naturaleza de los ciclos de tensiones también influenciará el comportamiento a la fatiga; por Ej. bajando la frecuencia de aplicación de carga llevará a períodos más largos durante el cual la fisura abierta esta en contacto con el medio ambiente y la vida a la fatiga se reducirá. Existen varias formas de prevenir la fatiga por corrosión. Por un lado, se pueden tomar medidas para reducir la velocidad de corrosión por alguna de las técnicas, por ejemplo aplicar revestimientos superficiales protectores, seleccionar un material con mayor resistencia a la corrosión, y reducir la acción corrosiva del medio ambiente. Otra prevención debería ser acciones para minimizar la probabilidad de la fractura por fatiga normal, como se describió anteriormente, por ejemplo reducir los niveles de tensión de tracción aplicados e imponer tensiones comprensivas residuales sobre la superficie de la pieza.



### 2.1.3. La fatiga de los implantes

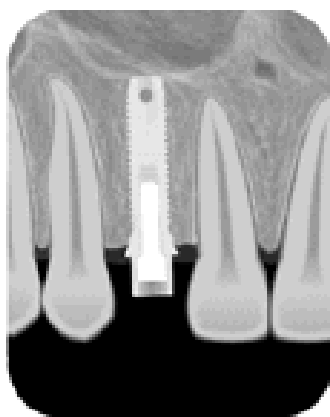
#### 2.1.3.1. Los implantes

Los implantes consisten en la colocación de una raíz de titanio en el interior del hueso maxilar o de la mandíbula por medio de una pequeña intervención quirúrgica. Sobre esta base podemos colocar, posteriormente, una o más piezas dentales.

La principal ventaja es que podemos evitar que el paciente tenga que llevar prótesis removible (de quita y pon), que puede tener problemas de movilidad e incluso estéticos. Otra ventaja importante respecto a la prótesis fija tradicional (puente) es que se pueden reponer las piezas sin necesidad de “limar” las piezas vecinas.

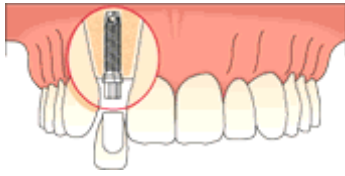
El Dr. Branemark de Suecia, invento los implantes osteointegrados en 1965. No existe ningún caso descrito de alergia al titanio, por lo que no puede existir un rechazo propiamente dicho. Puede ocurrir que un implante no se integre con la suficiente fuerza como para resistir la masticación. En los últimos años la técnica de colocación se ha simplificado considerablemente. El porcentaje de éxito en la actualidad es del 95% y, en la mayoría de los casos, si un implante no se integra, se puede sustituir por otro de mayor diámetro solventando así el problema.

Son muy pocas las contraindicaciones que tiene este tipo de tratamiento. Su periodoncista es el que debe valorar si tiene alguna enfermedad que lo impida y si la calidad y cantidad del hueso maxilar es suficiente para llevar a cabo la intervención.



*Implante dental Branemark que reemplaza una raíz perdida*



*Coneccion del diente al implante**Resultado final*

### 2.1.3.2. Ensayos de fatiga realizados

Se trata de determinar la resistencia a fatiga de los prototipos de implantes dentales auto roscados KLOCKNER10 de la casa Klockner implant system.

*Los implantes*

Las informaciones que tenemos es que son hechos con titanio cp de grado 3. La parte protésica estaba unida por un tornillo con un pc de torsión de 25Ncm. De los 7 implantes uno se utilizó para determinar la resistencia máxima a flexión a 30°. Los 6 otros implantes fueron ensayados a fatiga variando las cargas máximas y mínimas todos a una frecuencia de 15 Hz.

Para realizar los ensayos se utilizó una máquina de ensayos tracción compresión MTS Bionix 858 especialmente diseñada para trabajar sobre biomateriales que además tiene la posibilidad de realizar ensayos de fatiga y de torsión. Esta máquina fue equipada con una célula de carga MTS de 2,5 KN. El equipo se controló por medio de la conexión a



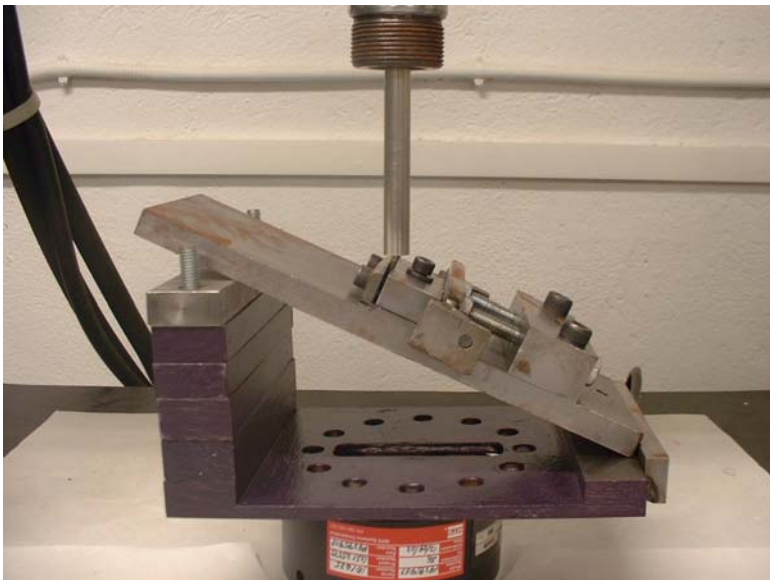


un PC equipado con un paquete de software TestStar II ® . El equipo descrito se puede observar en la figura 6.

El implante se sujetó en un soporte especialmente diseñado para ensayos con implantes dentales y se fijó con una inclinación de  $30^\circ$  respecto al eje z de la máquina de tracción compresión como se puede ver en la figura 7.



*Fig. 6: Máquina de ensayos tracción/compresión MTS Bionix 858*



*Fig. 7: Soporte de fijación para implantes dentales*





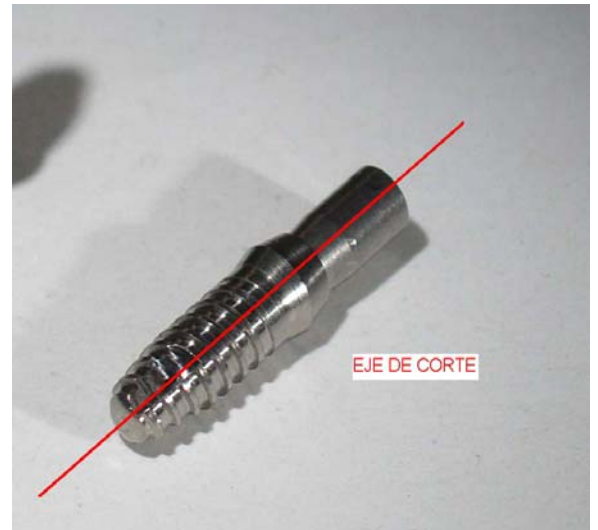
## 2.1.4. Observaciones al microscopio

### 2.1.4.1. Microscopio óptico

Para observar la microestructura de nuestro implante, lo cortamos de manera transversal, con una cortadora que tiene un disco de diamante:



*La cortadora*



*Eje de corte*

Ponemos las partes cortadas dentro bakelita a las 180°C para pulir después. Pulimos con discos de 400, 600 y 1200 con agua. Después utilizamos discos de alumina de 1 $\mu$ m y 0,5  $\mu$ m.



*Maquina para el pulido*



*El implante después el pulido*



Al final, hacemos un tratamiento químico con un mezcla de

10ml  $\text{HNO}_3$

6ml HF

80ml  $\text{H}_2\text{O}$

durante 30-40 segundos a temperatura ambiente.

Nuestra probeta esta preparada para las observaciones al microscopio óptico, utilizamos los débiles aumentos para orientarse en las diferentes zonas del implante. Después, para dar una buena interpretación de la microestructura, utilizamos el aumento máxima, es decir 940 x.



*El microscopio óptico*

#### 2.1.4.2. Micrografías



*Microscopio Electrónico de barrido utilizado*



El titanio de grado 3 tiene la composición siguiente según la norma ASTM F67:

Elemento	[wt%]
N	0.05
O	0.35
H	0.0125
C	0.10
Fe	0.30
Ti	bal

Estamos en el sitio del diagrama de equilibrio del titanio con un elemento  $\alpha$ -estabilizante.

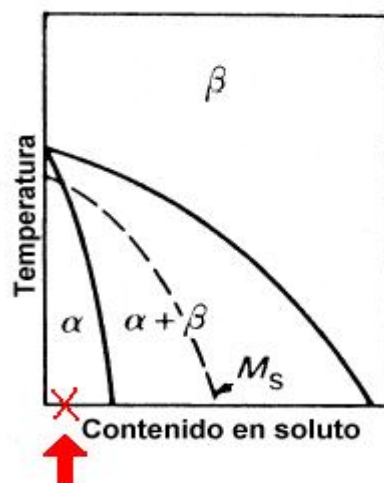


Diagrama de equilibrio del titanio con un elemento  $\alpha$ -estabilizante.

Por eso esperamos de ver una microestructura de granos de fase  $\alpha$ .



## **2.1.5. Corrosión**

### **2.1.5.1. Ámbito**

El uso de materiales metálicos en medios acuosos, como es el cuerpo humano, da lugar a la aparición de fenómenos corrosivos en medio húmedo, llamados procesos electroquímicos. El conocimiento de estos procesos es esencial para la comprensión de la estabilidad de los implantes metálicos en el cuerpo humano. De hecho, si se produce la degradación del material sintético debido a estas interacciones, las posibles consecuencias son la liberación de productos de corrosión y de iones metálicos, los cuales pueden tener claros efectos citotóxicos. La magnífica osteointegración que presenta el Ti cp y sus aleaciones se debe, en gran medida, a las adecuadas reacciones electroquímicas que se producen cuando éste se implanta en el huésped.

### **2.1.5.2. El titanio y la corrosión en aplicaciones biomédicas**

Las aleaciones de titanio forman espontáneamente una capa pasiva de óxido de titanio que es la responsable de su magnífica resistencia a la corrosión. Dicha capa está compuesta por óxidos amorfos de titanio, desde  $Ti_2O$  hasta  $TiO_2$ , con un espesor variable entre 5 y 10 nm según el tratamiento, el acabado superficial, el medio, etc. La capa de pasivación se forma de manera natural tras pocos milisegundos de contacto del titanio con un medio conteniendo oxígeno, aunque también se puede producir y hacer más espesa mediante tratamientos químicos y electroquímicos. Los diagramas de Pourbaix, basados en datos termodinámicos, así como los ensayos potenciodinámicos, es decir, la termodinámica y la cinética, demuestran que la capa protectora del Ti cp, principalmente formada por  $TiO_2$ , es resistente químicamente en el medio fisiológico y se reemplaza espontáneamente si se desprende como consecuencia de la acción mecánica. De hecho, el rango de pasividad electroquímica es mucho más amplio que la región de potenciales a la cual se puede ver sometida en el medio fisiológico. También cubre un rango de estabilidad amplio a diferentes pH, excepto en casos especiales donde se producen condiciones reductoras severas por la acción de un medio altamente acidificado, o fuertemente carente de oxígeno.

A pesar de las magníficas propiedades electroquímicas y resistencia a la corrosión del titanio para su uso como sustituto de tejidos duros, se han reportado problemas de carácter electroquímico asociados con procesos degradativos de este metal. Entre ellos encontramos la formación de pilas galvánicas por contacto eléctrico de implantes dentales de titanio con superestructuras de otro material, el aflojamiento de prótesis



articulares cementadas debido a corrosión por aireación diferencial asistida por desgaste y *fretting*, citotoxicidad causada por la cesión de iones desde el implante al tejido circundante, la interferencia en los procesos regenerativos causada por la presencia de partículas del metal y/o del óxido en el huésped, y corrosión localizada bajo condiciones bioquímicas específicas causadas por compuestos oxigenados que generan los macrófagos.

### **2.1.5.3. Materiales y Métodos**

#### **2.1.5.3.1 Materiales**

Los estudios electroquímicos se han llevado a cabo directamente sobre el implante entero, de Ti cp Grado III.

#### **2.1.5.3.2 Métodos**

El electrolito empleado para llevar a cabo los estudios electroquímicos ha sido la solución Ringer's. Este simula las condiciones fisiológicas de humedad, temperatura y composición química a las que el implante estará sometido. Esta preparación se consigue disolviendo 9.011 g de cloruro de sodio en agua destilada enrasando en un matraz de un litro, es una disolución de 0.9% de NaCl. El tipo de electrodo de referencia usado fue un electrodo de Plata/Cloruro de plata, el cual tiene un potencial de +0,8 V respecto al electrodo de referencia de hidrógeno a 37° C. En este proyecto todos los potenciales están referidos al potencial del electrodo de calomelanos. Se usó un contraelectrodo de platino. La temperatura de trabajo de los ensayos fue de 37° C, controlados con una oscilación de  $\pm 0,1^\circ$  C por medio de un baño termostático. Para evitar la contaminación del medio de trabajo, tanto las muestras como los electrodos empleados se limpiaban con agua destilada y se secaban al aire antes de sumergirlos en el fluido.

##### **2.1.5.3.2.1 Preparación de la muestra**

La preparación de las muestras consistía, básicamente, en realizar una unión eléctrica de la muestra con un hilo conductor, y sellar dicha conexión, para poder cerrar un circuito eléctrico con los aparatos de medida. Para ello se siguieron los pasos descritos a continuación:

- (1) La parte del implante que se emplea para realizar la conexión eléctrica se pule con papel de esmeril de SiC del número 600.
- (2) Se lava el implante en ultrasonidos con acetona durante 15 min. y con agua destilada durante otros 15 min. Se seca el implante al aire.



(3) Se pinta la superficie en contacto con el hilo de cobre con plata coloidal, para garantizar un buen contacto eléctrico.

(4) Se aísla el contacto eléctrico, así como la parte superior del implante que no se desean ensayar, con un recubrimiento de barniz. Este barniz (laca) es aislante e inerte en el ambiente de trabajo.



*La muestra preparada*

#### 2.1.5.3.2.2 Circuito abierto ( $E$ vs $t$ )

Los ensayos de circuito abierto ( $E$  vs.  $t$ ) se llevaron a cabo de acuerdo a la norma ASTM G31-90. El potencial electroquímico o natural de corrosión ( $E_{\text{corr}}$ ) se midió durante el ensayo cuando se comprobó que la variación de potencial máxima en media hora no era superior a  $\pm 3$  mV. Los datos se registraban a intervalos de 4 s.

#### 2.1.5.3.2.3 Voltametría cíclica (VC)

Se obtuvieron curvas de voltametría cíclica (VC) de los materiales estudiados de acuerdo con el método descrito en la norma ASTM G61-86, mediante el sistema de medida esquematizado en la figura 8. Consiste en la imposición de un potencial eléctrico dado, que varía regularmente, entre la muestra estudiada y el electrodo de referencia, lo que genera el paso de una corriente entre la muestra y el contraelectrodo.

Antes de iniciar el ensayo, se dejaba la muestra durante 15 minutos al potencial de inicio del barrido de potenciales, es decir,  $-300$  mV. Tras este paso, se realizaba un barrido en la dirección más noble en el rango  $[-300 ; 3000$  mV], con una rampa de potencial de  $1$  mV/s. Una vez alcanzados los  $3000$  mV, el barrido se cambiaba de dirección hasta cerrar el ciclo de potencial y acabar el ensayo de nuevo a  $-300$  mV. Los datos se registraron a intervalos de  $0,5$  s.





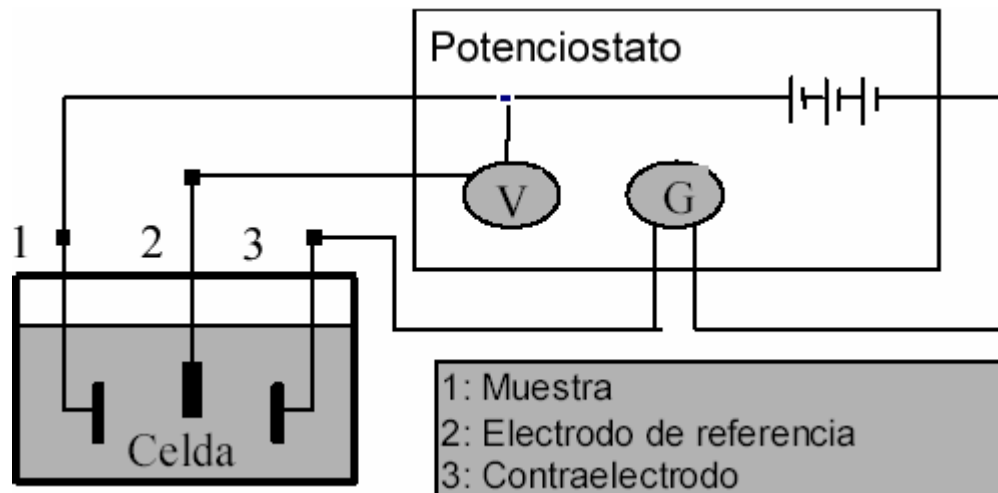
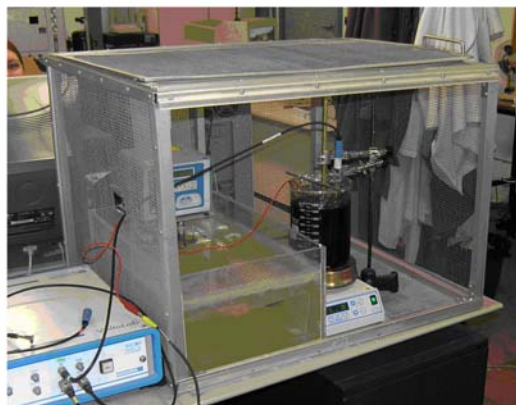


Fig. 8: Esquema eléctrico de un ensayo de voltametría cíclica



El potencióstato



## 2.2. Elaboración de aleaciones biocompatibles de bajo módulo de Young

### 2.2.1. Introducción: metalurgia física de las aleaciones de titanio

El titanio es un metal de transición con una estructura electrónica incompleta que le permite formar soluciones sólidas con muchos elementos de sustitución con un tamaño atómico del orden de  $\pm 20\%$  del tamaño atómico del Ti. En su forma original, el titanio tiene una temperatura de fusión elevada ( $1678^{\circ}\text{C}$ ), con una estructura cristalográfica hexagonal compacta (HCP)  $\alpha$  hasta la transición en fase  $\beta$  a  $882,5^{\circ}\text{C}$ , transformándose en una estructura centrada en el cuerpo (BCC)  $\beta$  por encima de esta temperatura. Las aleaciones de titanio se clasifican de la manera siguiente:  $\alpha$ , near- $\alpha$ ,  $\alpha+\beta$ ,  $\beta$  metaestable o  $\beta$  estable dependiendo de sus microestructuras a temperatura ambiente. Entonces, los elementos de aleación con el titanio se clasifican en tres grupos:  $\alpha$ -estabilizantes como Al, O, N, C;  $\beta$ -estabilizantes como Mo, V, Nb, Ta, Fe, W, Cr, Si, Ni, Co, Mn, H y los neutrales como Zr. Las aleaciones de tipo  $\alpha$  tienen una mejor resistencia a la corrosión y se utilizan en biomédica de manera limitada por sus bajas resistencias a temperatura ambiente. Las aleaciones  $\alpha+\beta$  tienen una mejor resistencia por la presencia de estas dos fases. Sus propiedades dependen de la composición, de la proporción relativa de cada fase  $\alpha/\beta$ , de los tratamientos térmicos y de los procesos termo-mecánicos. Las aleaciones  $\beta$  (estable o metaestable) son aleaciones de titanio de alta resistencia, de buena deformabilidad y de endurecimiento elevado. Las  $\beta$ -aleaciones tienen también la posibilidad única de combinar modulo elástico bajo y buena resistencia a la corrosión.

Una  $\beta$ -aleación se define químicamente como una aleación con una composición por encima de  $\beta_c$  (Fig. 9), o sea conteniendo bastante  $\beta$ -estabilizante para obtener una fase 100%  $\beta$  después de un temple por encima de la línea de  $\beta$ -transición. Sin embargo, estas aleaciones pueden ser de fase  $\alpha+\beta$  con una fase  $\beta$  metaestable y con la posibilidad de precipitar una segunda fase mediante un envejecimiento. Las aleaciones con una cantidad elevada de  $\beta$ -estabilizante, por encima de  $\beta_s$ , están consideradas como  $\beta$ -aleaciones estables en cuales no hay precipitación durante un tratamiento térmico de larga duración.

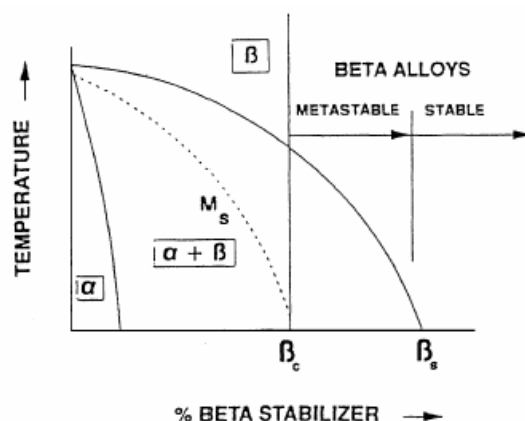


Fig. 9: Pseudo-diagrama de fase de estabilización de la fase  $\beta$ .





Las variantes de procesamiento de las aleaciones base titanio permiten controlar la microestructura y, entonces, optimizar las propiedades de las aleaciones como la ductilidad, la resistencia, la resistencia a la fatiga... Aparte de la fase  $\alpha$ , se pueden observar también precipitaciones de fase  $\beta'$  o  $\omega$  y/o compuestos intermetálicos dependiendo de la composición, tratamientos térmicos, procesamiento y condiciones en servicio.

Estudios sobre el comportamiento biológico de los elementos metálicos han mostrado que las composiciones de los biomateriales deben ser muy precisas para minimizar reacciones indeseables del cuerpo. Reacciones locales indeseables reacciones alérgicas por causa de elementos metálicos se deben a la liberación de iones metálicos del implante. Esta liberación de iones depende de la velocidad de corrosión de la aleación y de la solubilidad de los primeros productos formados por esta corrosión. En un ensayo de corrosión in vivo, Steinemann concluyó que los elementos V, Ni y Co son elementos tóxicos (cuando no son utilizados en aleaciones) mientras que Ti y sus aleaciones, aceros inoxidable, aleaciones Co, Cr, Mo, Ni y Ta, Zr, Nb y Pt son materiales “resistentes” con respecto a las velocidades de corrosión. Sin embargo, como hemos visto en el aparte anterior sobre la biocompatibilidad de los elementos, el asunto no es tan claro y experiencias mas recientes limitan las posibilidades. Ti y algunas de sus aleaciones, Ta, Nb y Zr producen esencialmente óxidos insolubles, siendo los más adecuados para aplicaciones biomédicas.

Classification by thicknesses of pseudomembrane around implant	Minor reaction		Severe reaction
	Titanium alloys Stainless steels, CoCr alloys		Fe, Co, Cr, Ni, Mo, V, Mn, Incoloy
Classification by type of reaction (cellular inflammatory, fibrous)	'Vital'	'Capsule'	'Toxic'
	Ti, Zr, Nb, Ta, Pt, Ti alloys	Al, Fe, Mo, Ag, Au, Stainless steels, CoCr alloys	Co, Ni, Cu, V

**Tabla 3: Reacción de los tejidos en contacto con implantes metálicos.**

Finalmente, Zr y Nb presentan una pasividad ideal con una capa protectora estable, resistente químicamente y velocidades de disolución sus capas mínimas. De hecho, Zr y Nb contribuyen en formar espontáneamente una capa de pasivación altamente protectora en las aleaciones de titanio y no son liberados, como Al o V, en el medio en iones disueltos pero mas bien incorporados en la película de pasivación.

Entonces podemos concluir que los elementos Nb y Zr son elementos adecuados tanto frente a las posibilidades microestructurales como por sus buenas propiedades de



biocompatibilidad para alearlos con titanio con objetivo de elaborar materiales sanos para aplicaciones biomédicas. Los dos objetivos principales de esta parte del proyecto son que estas aleaciones tengan una actividad biológica casi-nula y un modulo de elasticidad muy bajo para acercarlo al del hueso natural.

## 2.2.2. Aleaciones Ti-Zr

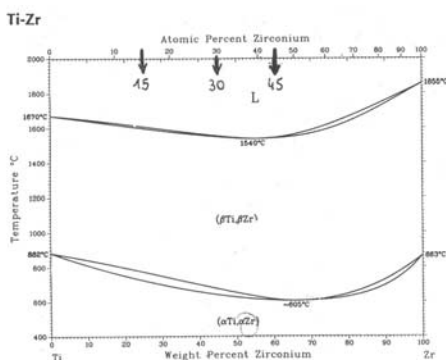
### 2.2.2.1. Características del Zirconio

Como lo describimos antes, el zirconio es un elemento no-tóxico y se puede utilizar sin problemas sin peligro con respecto a sus reacciones en el cuerpo.

A temperatura ambiente, es de fase  $\alpha$  hexagonal compacta y, a partir de  $862^\circ\text{C}$ , cambia en fase  $\beta$  centrada en el cuerpo. Su masa molecular es de  $91,224 \text{ g/mol}$  y su densidad varía entre  $6,04$  y  $6,51 \text{ g/cm}^3$ . Su temperatura de fusión es de  $1852 \pm 2^\circ\text{C}$ .

### 2.2.2.2. Elaboración de las aleaciones Ti-Zr

Se empezó con la elaboración de aleaciones de titanio y zirconio. El zirconio es un material que ya se utiliza por los dentistas y es un material más caro que el niobio. El diagrama de fase Ti-Zr presenta la fase  $\beta\text{Ti}$  (la que puede dar martensita) en el rango de composiciones  $[0-100\%\text{Zr}]$  como se puede observar en la figura 10. Por este motivo y, comparando con los datos en la bibliografía referentes a la aleación Ti-Nb, estaba interesante probar hacer aleaciones con el Zirconio.



J.L. Murray, 19

Phase	Composition, wt% Zr	Pearson symbol	Space group
$(\beta\text{Ti}, \beta\text{Zr})$	0 to 100	<i>cF2</i>	<i>Im3m</i>
$(\alpha\text{Ti}, \alpha\text{Zr})$	0 to 100	<i>hP2</i>	<i>P6<sub>3</sub>/mmc</i>
Metastable phases			
$\alpha'$	...	<i>hP2</i>	<i>P6<sub>3</sub>/mmc</i>
$\omega$	...	<i>hP3</i>	<i>P6<sub>3</sub>/mmn</i> or <i>P3<sub>2</sub>n</i>

Fig. 10: Diagrama de fase del sistema binario Ti-Zr



Chemical Compositions of Zircadyne® Alloys		
Grade	Zr 702	Zr 705
UNS Designation	R60702	R60705
Element, wt%		
Zirconium + Hafnium, min	99.2	95.5
Hafnium, max	4.5	4.5
Iron + Chromium, max	0.20	0.20
Tin	-	-
Hydrogen, max	0.005	0.005
Nitrogen, max	0.025	0.025
Carbon, max	0.05	0.05
Niobium (Columbium)	-	2.0-3.0
Oxygen, max	0.16	0.18

Entonces, tenía al principio placas de zirconio de tipo 702 y 705 y cilindros de titanio puro que había que cortar en trozos para respetar las composiciones elegidas de manera que incluímos un amplio rango de composiciones debido a la no existencia de aleaciones con memoria de forma a base de titanio y de zirconio.

*Composiciones químicas de las aleaciones de*

### 2.2.3. Aleaciones de Ti-Nb

#### 2.2.3.1. Características del elemento Niobio

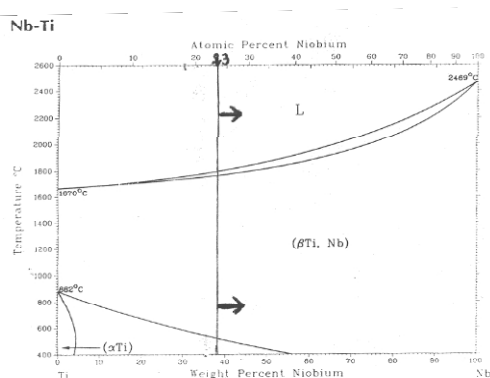
El niobio se utiliza esencialmente aleado con Zr, Hf, W, Ta y Mo para aumentar la resistencia a alta temperatura en aplicaciones aeroespaciales y en aleaciones con titanio o estaño para superconductores. Su estructura es de cúbico centrado en el centro y su peso molecular es de 92,91 g/mol. A temperatura ambiente, su densidad es de 8,57 g/cm<sup>3</sup> y su temperatura de fusión es de 2468°C.

#### 2.2.3.2. Elaboración de las aleaciones Ti-Nb

Para fabricar las aleaciones de Ti-Nb, lo primero era buscar bibliografía sobre las aleaciones con memoria de forma a base de estos metales. Las investigaciones sobre este tipo de aleación se desarrollo para intentar remplazar la aleación NiTi por su posible toxicidad sobre todo con respecto a su elevado contenido en Níquel. Los artículos mas utilizados para este parte fueron los siguientes: "The shape memory effect in a titanium-35wt.% niobium alloy" por C. Baker en 1971; "Développement d'un nouvel alliage superélastique sans nickel pour applications médicales" de P. Olier y L. Chandrasekaran en 2002 y "Martensitic transformation and metastable  $\beta$ -phase in binary titanium alloys with d-metals of 4-6 periods" de A.V. Dobromyslov y V.A. Elkin en 2003. Estos trabajos permitieron plantear un poco el tema y tener ideas de las composiciones requeridas para obtener la aleación deseada.



Aunque el diagrama de fase del sistema Ti-Nb presente la fase  $\beta$ Ti en el rango [0, 100] wt.% Nb, permitiendo teóricamente obtener lo que buscamos, se debe tener una cantidad mínima de niobio para obtener una aleación que presente temperaturas de transformación martensítica. De acuerdo con el diagrama de fase del sistema Ti-Nb (Fig. 11) y de los autores, se debe tener una composición mínima en niobio de 23 at.% para obtener la fase  $\beta$  (tabla 4), fase que nos permite obtener martensita en las aleaciones de titanio. P. Olier y L. Chandrasekaran explican que se obtuvo una recuperación de forma de 3% en la aleación Ti-35wt.% Nb investiga por Baker pero que las temperaturas de transformación reportadas para esta aleación están demasiado elevadas para utilizarla en biomateriales. Aumentando el porcentaje de niobio hasta 37 wt.%, se puede obtener una temperatura de transformación martensítica alrededor de 25°C, temperatura adecuada porque mucho más cerca de la temperatura del cuerpo humano. Sin embargo, precisan que la transformación martensítica no es completa cualquier sean las condiciones de temple desde la fase  $\beta$ . Por eso, ellos han decidido añadir elementos al sistema Ti-Nb (Hf o Zr) que pueden estabilizar la fase martensítica para composiciones elevadas en niobio (> 35 wt.%) y obtener una temperatura de transformación martensítica alrededor de 37°C.



J.L. Murray,

Phase	Composition, wt% Nb	Pearson symbol	Space group
( $\beta$ Ti,Nb)	0 to 100	cI2	$Im\bar{3}m$
( $\alpha$ Ti)	0 to 4.7	hP2	$P6_3/mnm$
<b>Metastable phases</b>			
( $\alpha'$ Ti)	0 to ~9	hP2	$P6_3/mnm$
( $\alpha''$ Ti)	~14 to 43	oC4	$Cmcm$
$\omega$	16 to 45	hP3	$P6_3/mnm$
$\tau$	26 to 41	(a)	...
(a) bct			

Fig. 11: Diagrama de fases de sistema binario Ti-Nb

Ti-V	Ti-Cr	Ti-Mn	Ti-Fe	Ti-Co	Ti-Ni	Ti-Cu
15	7	6 [3]	5	7	9 [3]	11
Ti-Nb	Ti-Mo	Ti-Tc	Ti-Ru	Ti-Rh	Ti-Pd	Ti-Ag
23	5	?	3	4	11	?
Ti-Ta	Ti-W	Ti-Re	Ti-Os	Ti-Ir	Ti-Pt	Ti-Au
35	10	5	3	3	7	?

Tabla 4: concentración mínima en d-metales de las periodos 4-6 para la estabilización completa de la fase  $\beta$  a temperatura ambiente en aleaciones de titanio templadas (at.%).

Para fabricar las aleaciones de Ti-Nb se utilizó titanio puro en forma de barras igual que para alear con el zirconio y niobio puro de pureza 99,8%.



#### 2.2.4. Proceso de fabricación de las aleaciones

Se utilizó el horno Titec de Orotig F205M (Fig. 12 y Fig. 13) que es un horno con arco eléctrico con un electrodo de wolframio y con una atmósfera de argón para prevenir la presencia de oxígeno o de otros elementos perjudiciales. Este tipo de horno es el más adecuado para fundir botones de aleaciones a base de titanio y se utiliza por los laboratorios protésicos para hacer las dentaduras y los implantes de odontología. En base a esto, planteamos la posibilidad de fabricar aleaciones Ti-Zr y Ti-Nb.

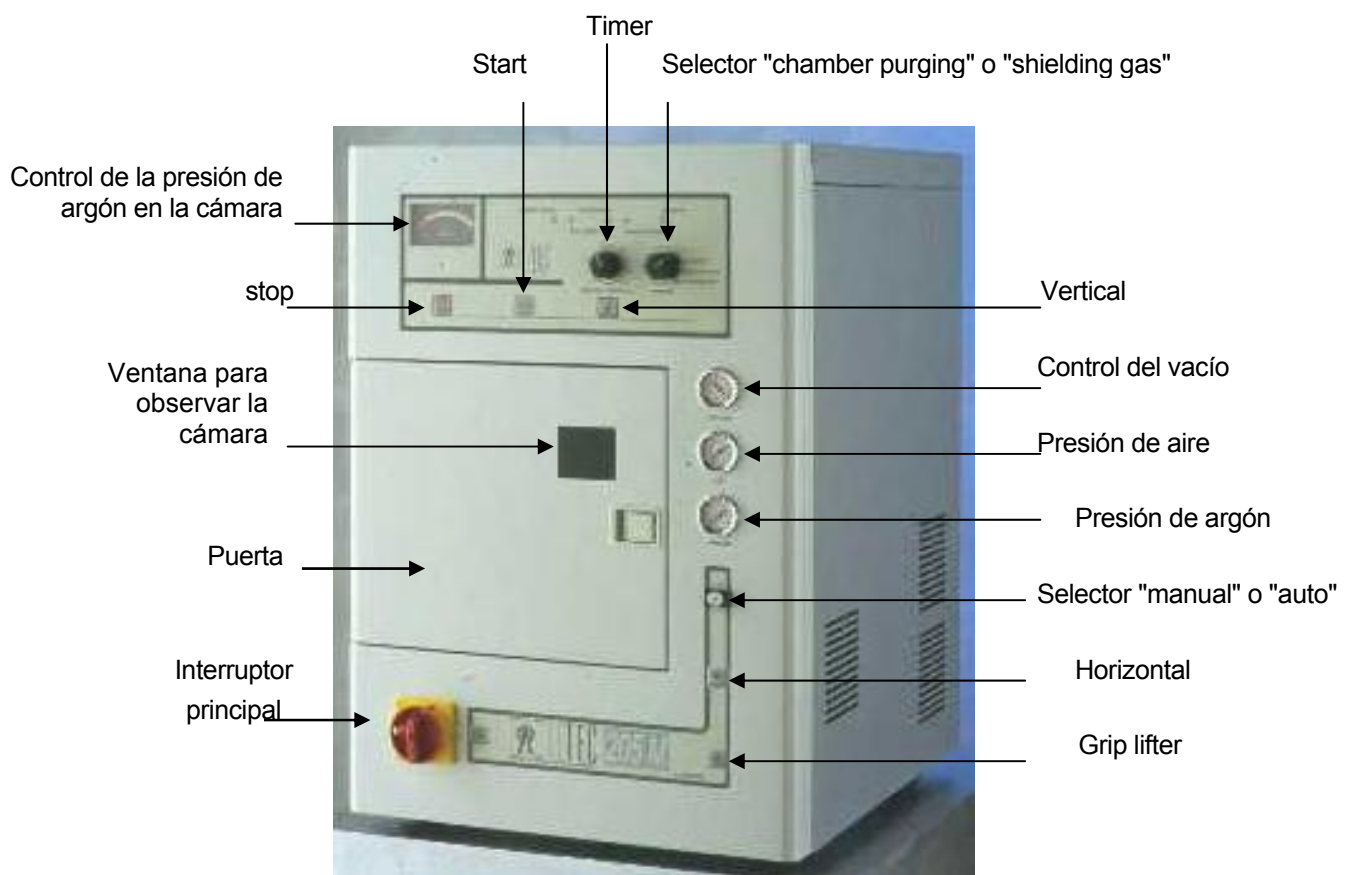
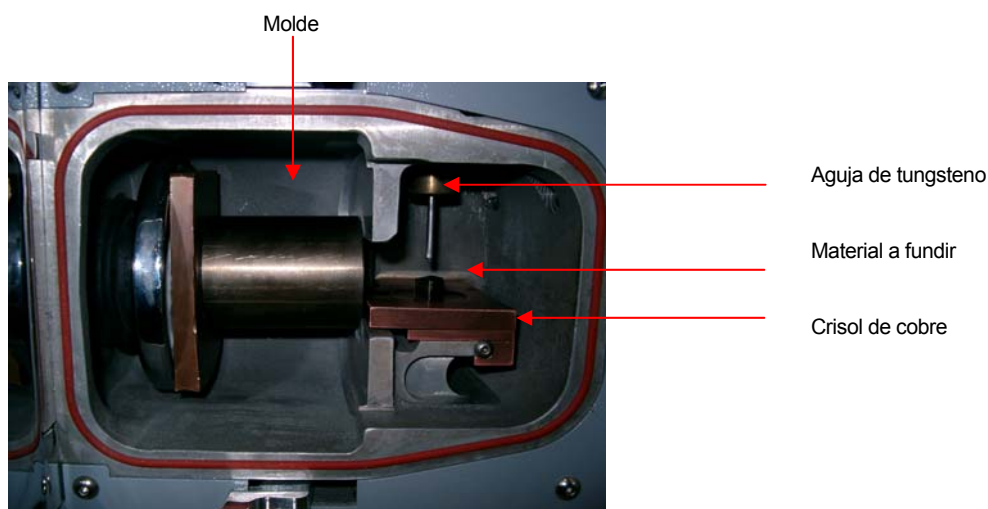


Fig. 12: El horno Titec





*Fig. 13: Vista interior del horno con el material sobre el crisol de cobre y por debajo del electrodo de tungsteno, en posición para fundir con la cámara en posición horizontal.*

Es un horno que permite fundir y colar metales (la cámara se pone horizontal para fundir metales y puede volcarse para colar el metal fundido en un molde).

Se obtuvo el peso equivalente en titanio cortando trozos de las barras con la cortadora Struers Minitom (Fig. 14) con disco de diamante y controlando el peso con una balanza Sartorius BP 211D de alta precisión que mide hasta la quinta decimal (Fig. 15).



*Fig 14: Cortadora con disco de diamante para la preparación de las muestras.*

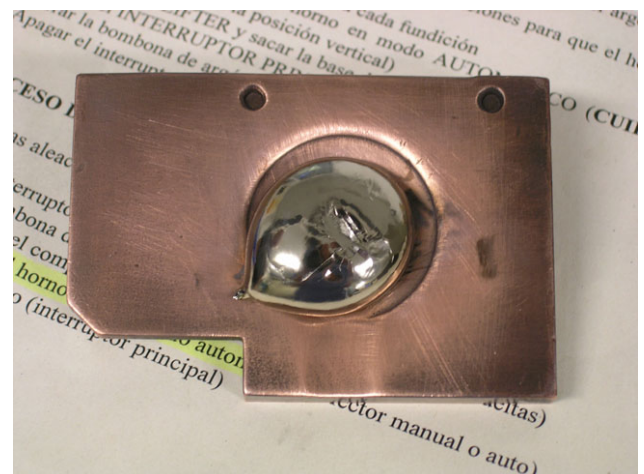


*Fig 15: balanza de alta precisión Sartorius para control de peso de la materia prima en objetivo de fundir botones con una composición precisa.*





Después había que fundir el conjunto para obtener una masa homogénea correspondiendo a la aleación deseada gracias al horno. Para conseguir esto, dos o tres fundiciones son necesarias, dando una vuelta al botón cada vez (*Fig. 16*). Todos los pasos para poner en marcha el horno, utilizarlo y apagar están bien explicados en documento P.N.T. realizado por el grupo de biomateriales. Básicamente, para cada fundición, se ponen los trozos de metal en el crisol del horno a una distancia de 5 mm por debajo de la aguja de tungsteno que produce el arco, y se cierra el horno. Se aprieta "Start". Antes de fundir el horno hace vacío (-1 bar) y inyecta argón dos veces para purgar la cámara produciéndose después el arco. Cuando se observa que el metal está bien rojo y que tiene una forma de yema, se para el arco y se introduce argón manualmente apretando el botón "shielding gas", en la cámara para enfriar la aleación más rápidamente y evitar la oxidación. Después de unos 10 minutos, se puede sacar el metal del horno. Si el botón está oxidado, se puede antes darle la vuelta y fundirlo de nuevo (para que el oxígeno que forma la capa de óxido no afecte a la aleación durante la siguiente fundición).



*Fig. 16 : Vista por encima de un botón de Ti-Nb sobre el crisol de cobre. Después de cada fundición (tres en total cada vez), se da la vuelta al botón para asegurar una buena homogenización.*

Después de estas fundiciones teníamos el material necesario para hacer los ensayos que caracterizaron las aleaciones.



## 2.3. Fatiga, osteointegración y toxicidad de barras de Tántalo Poroso

### 2.3.1. El Tántalo

#### 2.3.1.1. Generalidades

Elemento químico cuyo símbolo es Ta, su número atómico es 73 y su peso atómico 180,948 g/mol. Es un elemento del quinto grupo de la tabla periódica y pertenece a la serie de los de transición *5d*. Se le conocen también estados de oxidación de IV, III y II.

El metal tántalo se emplea en la fabricación de capacitares para equipo electrónico, los cuales incluyen radios de banda civil, detectores de humo, marcapasos cardiacos y automóviles. Se utiliza también en las superficies para transferencia de calor del equipo de producción en la industria química, en especial cuando se tienen condiciones extraordinarias corrosivas. Su **inercia química** ha hecho que se le hayan encontrado aplicaciones dentales y quirúrgicas. El tántalo forma aleaciones con un gran número de metales. Tiene una importancia especial el ferrotantaló, el cual se agrega a los aceros austeníticos con el fin de reducir la corrosión intergranular.

El metal es bastante inerte al ataque con ácidos, excepto al ácido fluorhídrico. Se oxida con mucha lentitud en soluciones alcalinas. Los halógenos (halogenuros) y el oxígeno reaccionan con él en caliente, para formar haluros y óxido correspondientes, con estado de oxidación V. A temperatura elevada absorbe hidrógeno y se combina con el nitrógeno, el fósforo, el arsénico, el antimonio, el silicio, el carbono y el boro. El tántalo forma también compuestos por reacción directa con el azufre, el selenio y el telurio, a temperaturas elevadas.





Nombre	Tántalo
Número atómico	73
Valencia	2,3,4,5
Estado de oxidación	5
Electronegatividad	1,5
Radio covalente (Å)	1,38
Radio iónico (Å)	0,73
Radio atómico (Å)	1,46
Configuración electrónica	[Xe]4f <sup>14</sup> 5d <sup>3</sup> 6s <sup>2</sup>
Primer potencial de ionización (eV)	6,02
Masa atómica (g/mol)	180,948
Densidad (g/ml)	16,61
Punto de ebullición (°C)	5425
Punto de fusión (°C)	2996
Descubridor	Anders Ekeberg en 1802

#### 2.3.1.2. Los implantes

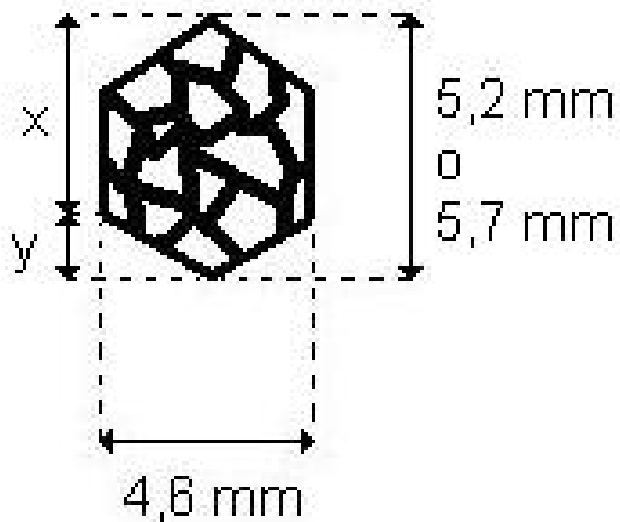


Una barra de tantaló poroso





Los implantes que tenemos para hacer los ensayos son barras de Tántalo poroso. Tienen una sección de forma hexagonal, tal que:



$$(4,6/2)^2 + 4,6^2 = x^2 \Rightarrow x = 3,9837$$

$$x + y = 5,2 \Rightarrow y = 1,2163$$

$$S_{5,2} = 4,6 * x/2 + 3 * (4,6 * y)/2$$

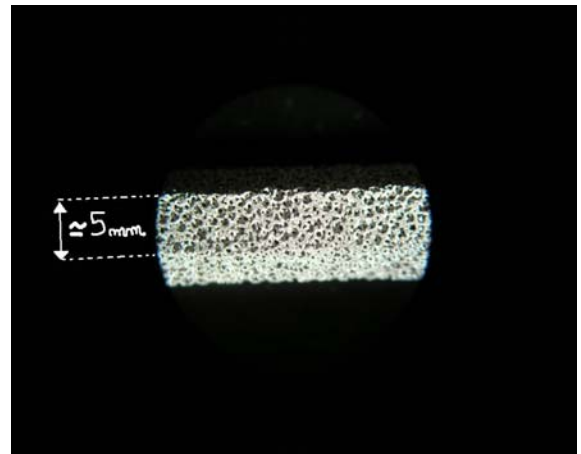
$$= 17,555 \text{ mm}^2$$

$$S_{5,7} = 21,100 \text{ mm}^2$$

La porosidad se puede observar con la lupa, así podemos ver como las barras están estructurada

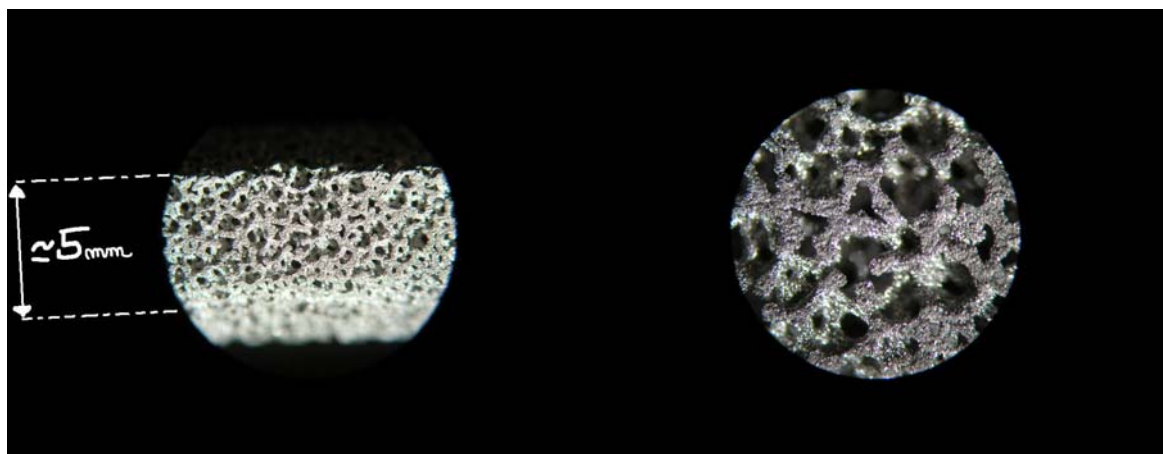


La lupa que hemos utilizado



La barra de tantaló





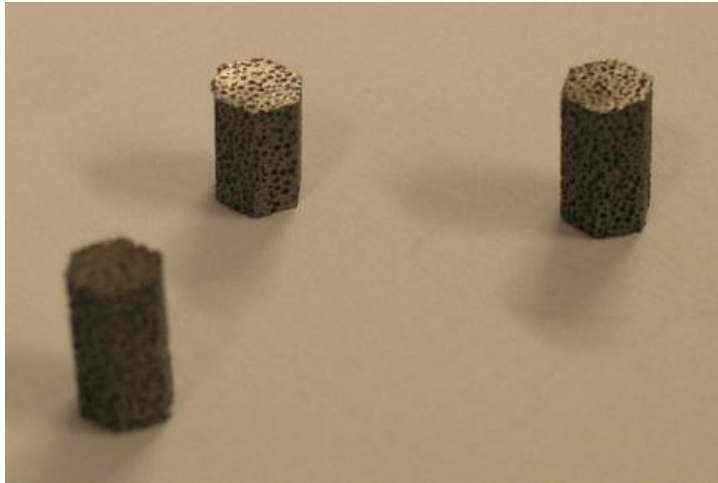
*Con mas detalles...*

Podemos apreciar la estructura porosa del tántalo. Este tipo de material fue desarrollado para convenir a las necesidades clínicas. El material poroso esta compuesto por un 99% de tantalo y un 1% de carbono vítreo, por peso. Este producto esta fabricado por un proceso de **deposición de vapor químico (CVD)\***: El tántalo puro esta precipitado sobre un esqueleto de carbono vítreo reticulado. Este material esta compuesto de un 75-80% de espacio vacío (el volumen de los poros) y esta caracterizado por poros interconectados continuamente. Cada poro, o celda tiene una forma de dodecaedro. El tamaño de las celdas esta controlado por el proceso de fabricación y esta nominalmente de 550mm que esta muy utilizado para aplicaciones de implantes. El espesor de los soportes que definen las celdas dicta el porcentaje de vacío y las solidez y rigidez del material final. Los soportes de tántalo están unidos a los puntos de intersección, o nudos, con típicamente tres soportes interseccionando en cada nudo. La solidez y la rigidez de la estructura porosa aumentan al disminuir la porosidad. Eso es típico de los materiales sólidos porosos como el hueso esponjoso. La rigidez de este tántalo poroso aumenta con la densidad, y esta muy similar a la del hueso humano. Las estudios al respecto señalan que este material tiene muchas propiedades mecánicas mejores que los otros materiales utilizados para esta aplicación. Las evaluaciones clínicas indican que la resistencia a la compresión esta suficiente para compensar las cargas fisiológicas. Los objetivos de este estudios están de caracterizar las macroestructura y microestructura de este tántalo poroso. Vamos a profundizar en tomas con el SEM. Vamos igualmente evaluar la resistencia a fatiga y las propiedades de osteointegracion que parecen excelentes.



### 2.3.2. La fatiga

Para los ensayos de fatiga, vamos a realizar probetas a partir de un implante para que los diferentes piezas respecten la relación de esbeltez que dice que la longitud tiene que ser mas de una vez y media el diámetro de la sección. Obtenemos así diferentes trozos de implante de longitud ~9mm.



*Trozos de tantalio poroso*

Para realizar los ensayos se utilizó una máquina de ensayos tracción compresión MTS Bionix 858, con soportes adaptados a nuestro material. Esta máquina fue equipada con una célula de carga MTS de 2,5 KN. El equipo se controló por medio de la conexión a un PC equipado con un paquete de software TestStar II. El equipo descrito se puede observar más abajo.





*MTS Bionix 858, con cual hemos tenido un algunos problemas*

Consideramos que un implante pierde su eficacia cuando se deforma de un 10% de su tamaño de origen. Entonces, para los ensayos, elegimos una fuerza que hacemos variar entre este valor y un 10% de este valor. El trozo está sometido a ciclos repetitivos hasta que la deformación llega a un 10%. Es en este momento que apuntamos el número de ciclos.

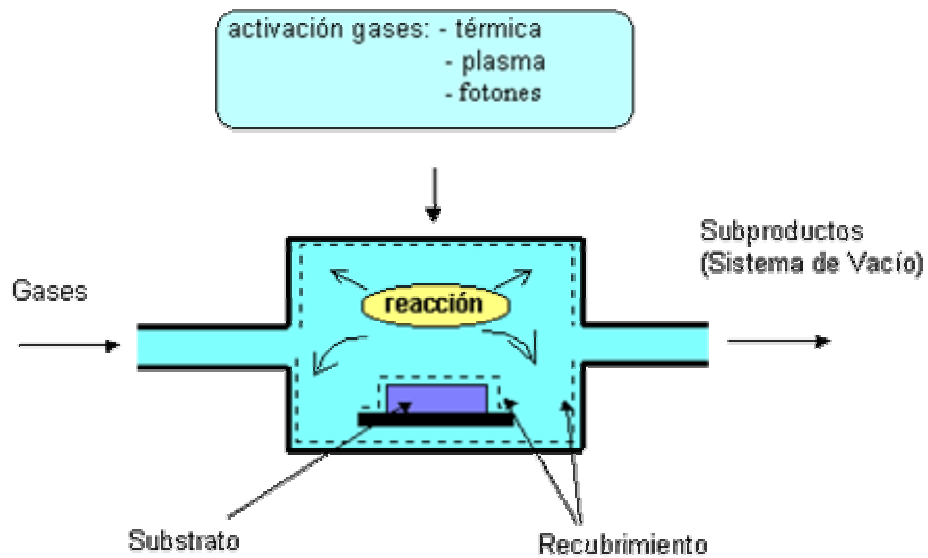
### **2.3.3. La osteointegración**

Vamos a estudiar fotos dadas por el doctor Fernandez-Fairén, que son fotos de un implante de tantalito poroso 15 días después la implantación en un ser humano.



\*anexo: Técnicas de deposición química en fase de vapor (CVD):

La técnica de CVD consiste en la reacción de una mezcla de gases en el interior de una cámara de vacío (reactor) para dar lugar a la formación de un material en forma de capa delgada (Fig. 1). Los subproductos de la reacción son evacuados hacia el exterior mediante un sistema de alta velocidad de bombeo (bomba 'roots' apoyada con rotatoria).



*Deposición química en fase de vapor*

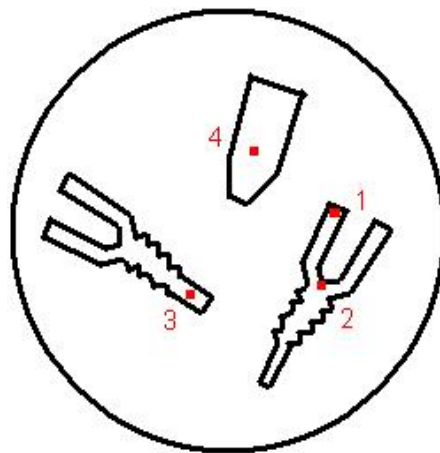


### 3. Resultados y discusión

#### 3.1. Implantes dentales

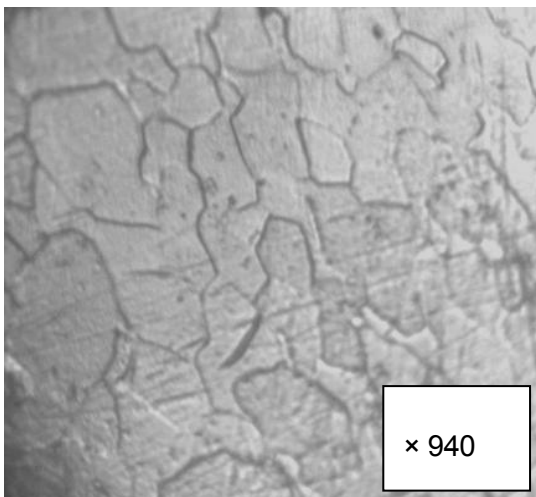
##### 3.1.1. microestructura

Las tomas del microscopio óptico dan una buena representación de la microestructura del implante en sus diferentes partes.

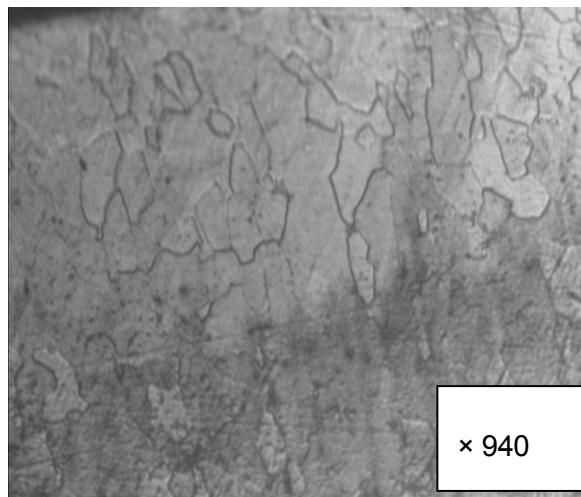


*Las fotos fueron tomadas en los sitios numerados*

Como lo podemos ver en la siguiente toma, aparece una microestructura de tipo  $\alpha$ . Podemos ver esta estructura equiaxial típica del titanio cp de grado 3:



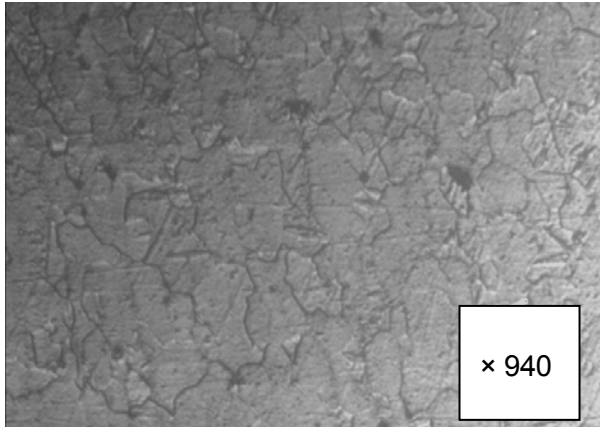
*Toma 1 de la parte superior del implante*



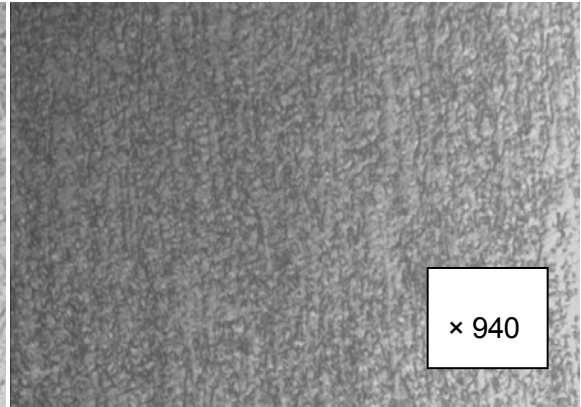
*Toma 2 del sitio del tornillo*







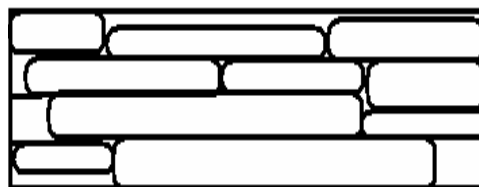
*Toma 3 de la parte inferior del implante*



*Toma 4 de la cabeza del implante*

La microestructura equiaxial se obtiene cuando el titanio es trabajado en frío y recocido a temperaturas inferiores a la de  $\beta$ -transus. El tamaño de grano obtenido tiene a ser reducido ya que el crecimiento de grano se ve inhibido por las temperaturas de trabajo relativamente bajas y por la presencia de impurezas (elementos  $\alpha$ -estabilizantes) en los límites de grano con efecto de anclaje. También es habitual la presencia de maclas. Un ejemplo de esta microestructura se presenta en las tomas 1, 2, 3, y 4. Se encontró un tamaño de grano medio de  $\sim 7,98 \mu\text{m}$ .

En la parte de la cabeza del implante (Toma 4), parece que los granos son texturados. Eso significa que tienen como una dirección. Esta textura se encuentra cuando las piezas proceden de una barra que fue fabricada por inyección de metal fundido. Además, el tamaño de grano de esta parte del implante parece mucho mas pequeño. La precisión que tenemos no permite de medir su tamaño medio, pero parece como entre 5 y 10 veces más pequeño que lo de los granos del resto de la pieza.



*Aspecto texturado de los granos de la parte de la cabeza del implante*



### 3.1.2. Curva S-N de fatiga

En el ensayo de resistencia máxima a la flexión se obtuvo un valor máximo de **1637 N**. En consecuencia se determinaron los 6 ensayos de fatiga como se describe en la siguiente tabla:

Ensayo nº	Fuerza máxima (N)	Fuerza mínima (N)	Amplitud (N)	Frecuencia (Hz)
1	1300	130	1170	15
2	1200	120	1080	15
3	1100	110	990	15
4	1000	100	900	15
5	800	80	720	15
6	600	60	540	15

*Tabla 5: características de los ensayos de fatiga realizados*

La función de fatiga fue sinusoidal. El número de ciclos que soportó cada implante de puede observar en la tabla 6:



Ensayo n°	Carga máxima (N)	Ciclos soportados
1	1300	4792
2	1200	10240
3	1100	35048
4	1000	84936
5	800	380000
6	600	4000000 SIN ROTURA

A continuación se muestra la curva S/N descrita por la carga máxima en las abscisas y el logaritmo decimal de los ciclos soportados en las ordenadas:

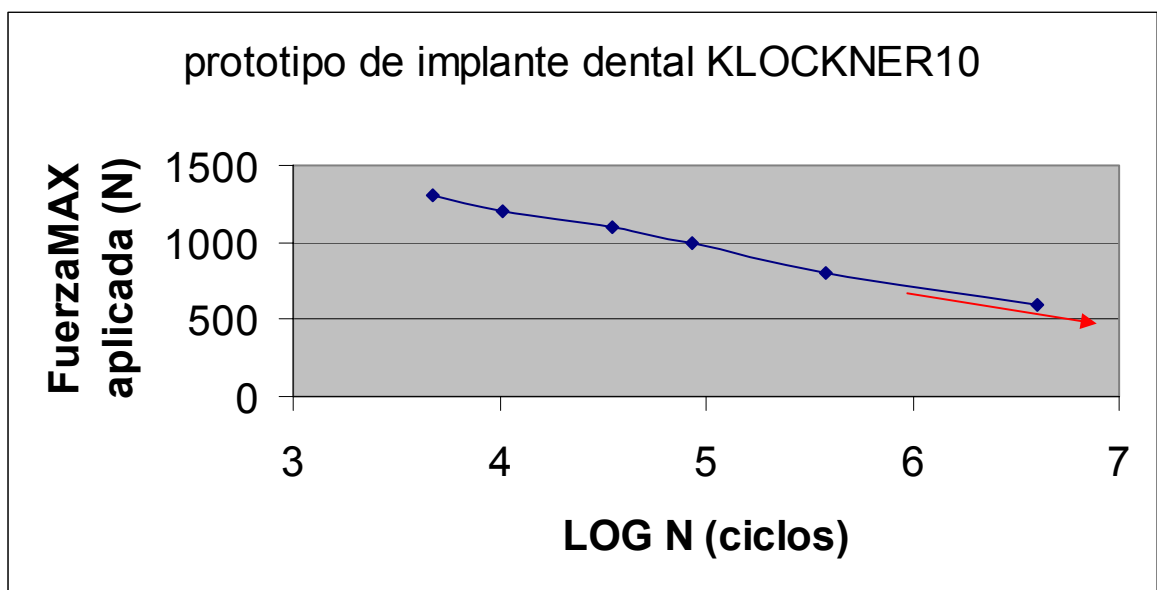


Fig. 17: Curva S-N del implante

Esta curva no presenta un límite de fatiga, es que representa la flecha roja, pero consideramos que el valor de  $N=4 \times 10^6$  ciclos, que corresponde con una fuerza<sub>MAX</sub> de 600 N demostró que estos implantes tienen excelentes propiedades de resistencia a la fatiga. Parecía que el límite de fatiga llega más con fuerzas menores y un número de ciclos mucho más elevado.



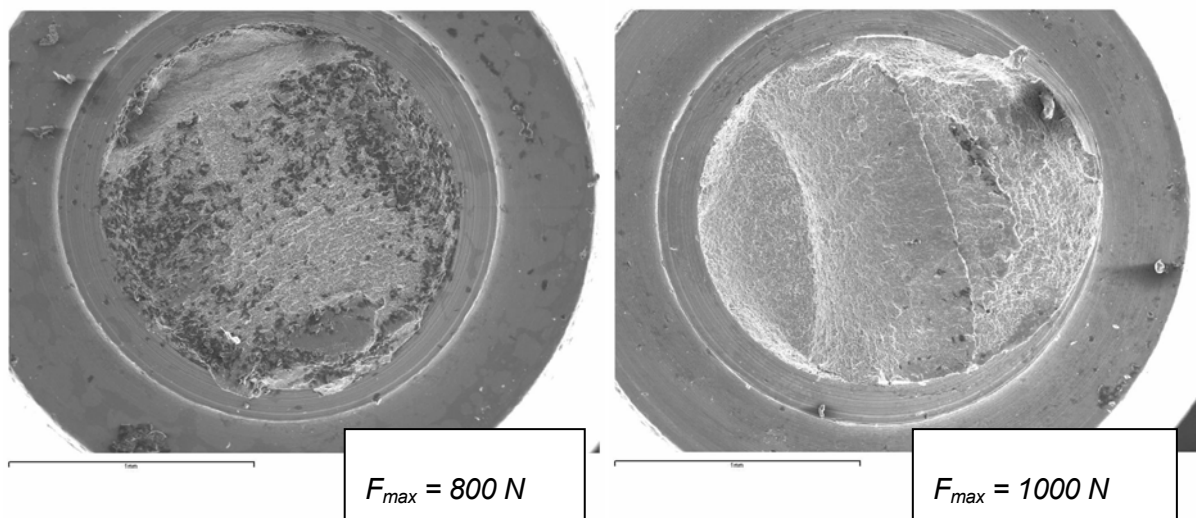
Después los ensayos de fatiga, las superficies de fractura de los implantes destruidos fueron examinados por SEM para ver las características de la fractura. La morfología de la fractura fue identificada mediante el análisis de la microestructura.

### 3.1.3. Micrografías de fractura

Hemos tomado fotos de las superficies de fractura para entender los mecanismos de la fatiga. Vamos a comparar primero las fotos de rotura para diferentes fuerza<sub>MAX</sub>, y además los estados de las superficies en zonas distintas características.

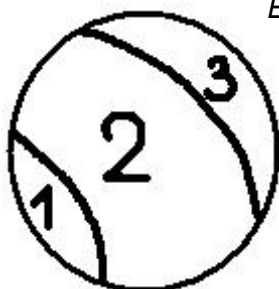
#### 3.1.3.1. Estado general de las superficies de fractura

Se encuentran mas abajo las fotos de SEM de dos implantes fracturados por fatiga a diferentes fuerzas: 800 N y 1000 N. La observación la más evidente es que distinguimos 3 zonas distintas en cada muestra.



Vamos a llamar comúnmente estas zonas zona de fatiga de primero orden, zona de fatiga de segundo orden, y zona de rotura dúctil.

*Esquema de las 3 zonas de fractura:*

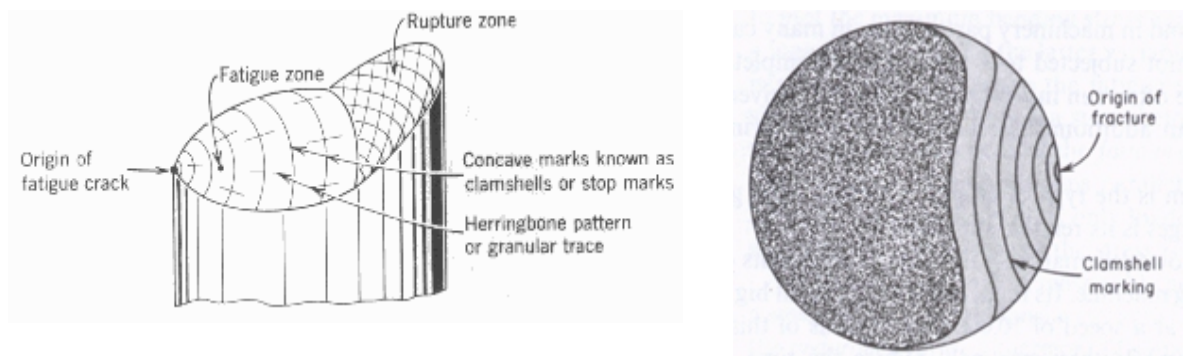


1. zona de fatiga de primero orden
2. zona de fatiga de segundo orden
3. zona de rotura



Primero vamos a confundir las zonas 1 y 2, porque son ambas zonas de fatiga. Tenemos entonces dos zonas características: la zona de fatiga y a la zona de rotura. La zona de la fatiga es el área de la propagación de la grieta. El área de la rotura final se llama rotura o zona instantánea. En la investigación de los implantes fallados, la zona de la rotura mostré la ductilidad del material, el tipo de cargamento, y la dirección del cargamento. El tamaño relativo de la zona de la rotura comparada con la zona de la fatiga relaciona el grado de sobrecarga aplicado a la estructura. La cantidad de sobrecarga se puede determinar a partir de la zona de fatiga como sigue: sobrecarga elevada si la superficie de la zona de fatiga es muy pequeña comparada con la superficie de la zona de la rotura; sobrecarga media si el tamaño o el área de ambas zonas es casi igual; sobrecarga baja si el área de la zona de la ruptura es muy pequeña. Con nuestro implante, parece que la sobrecarga es débil, porque tenemos una superficie de rotura final relativamente pequeña comparada con la de fatiga. Además, parece que la superficie de rotura final, relativamente a la superficie de fatiga aumenta con la fuerza<sub>MAX</sub> de cargamento (y entonces con la sobrecarga).

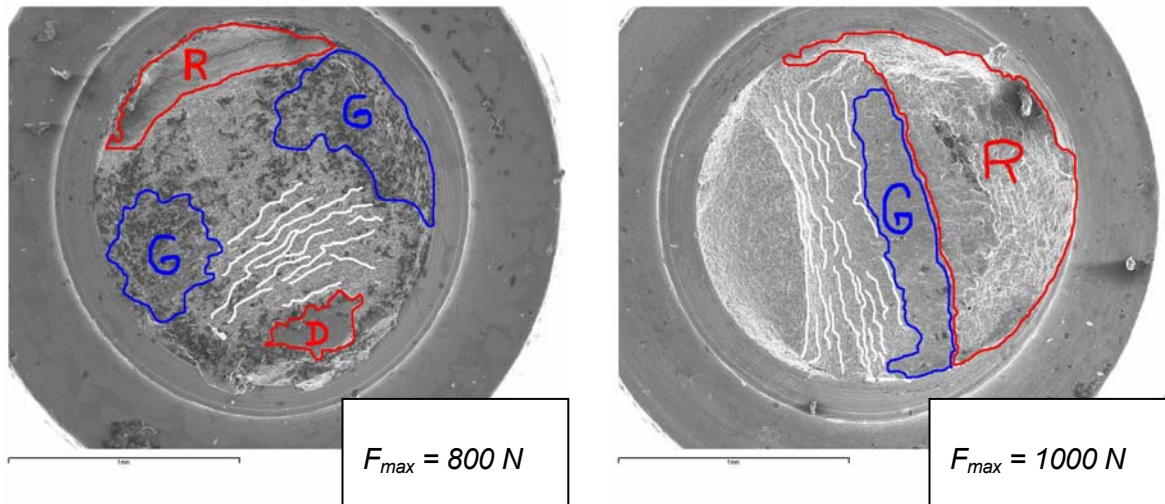
La zona de fatiga puede ser descrita como sigue: un aspecto frotado, y aterciopelado liso, la presencia de las ondas conocidas como « clam-shells », y el modelo de borde de arenque o el rastro granular demuestra el origen de la grieta. En general, las marcas de la parada indican las variaciones en el índice de la propagación de grieta debido a las variaciones en amplitud de la tensión en un uso cíclico que varía con tiempo. La figura siguiente es una representación esquemática de la zona de la fatiga.



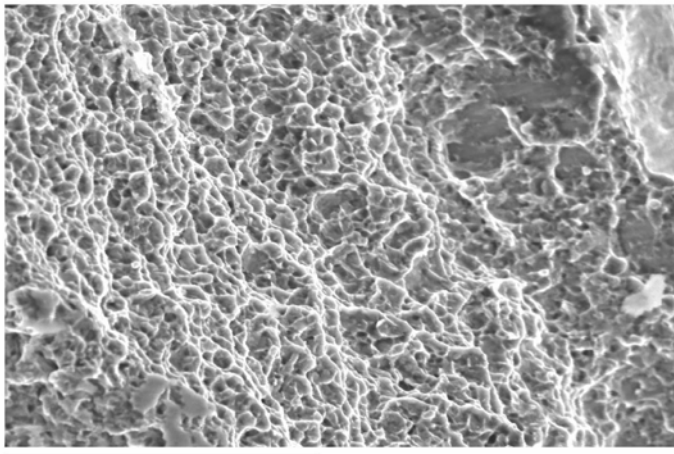
*Representación esquemática de las zonas de fatiga y rotura*



Las tomas siguientes son las mismas que mas arriba, sobre las cuales he bosquejado algunas zonas características de los ensayos de fatiga:



Para ambos muestras, distinguimos la zona de rotura dúctil **R**: en este sitio, la rotura se acompaña de una fuerte deformación plástica. Como se puede observar en la toma siguiente, la microestructura ha sufrido un estiramiento en la dirección de la tracción:



Zona de rotura dúctil R del implante  $F_{max} = 1000\text{ N}$

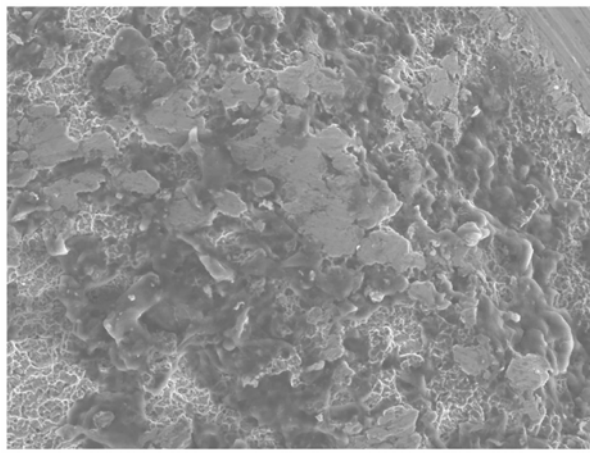
Como se podía preverlo, la superficie de rotura dúctil esta mas grande con los implantes que han sufrido una fuerza máxima mas elevada. Una gran cantidad de deformación plástica suele estar asociada con la fractura dúctil, mientras que lo opuesto es sinónimo de fractura frágil.





Además podemos observar la presencia de estrías (que hemos marcada con curvas blancas sobre las tomas bosquejadas.) Estas estrías están en forma de curvas concéntricas centradas en el punto de iniciación de las fisuras.

La fatiga tiene por efecto de golpear la microestructura. Las superficies golpeadas son las zonas **G** en nuestro esquema. Durante las fases de compresión de los ciclos de fatiga, la parte superior del implante ya fisurada aplasta la parte inferior. De hecho, son las dos partes inferior y superior que se aplastan entre ellas. Este efecto aparece bien en esta ampliación de la muestra que corresponde con  $F_{max} = 800\text{ N}$ .



*Zona golpeada del implante  $F_{max} = 800\text{ N}$*

Podemos observar como placas que pertenecen a la misma familia de planos paralelos, y perpendiculares al eje de las fuerzas cíclicas.

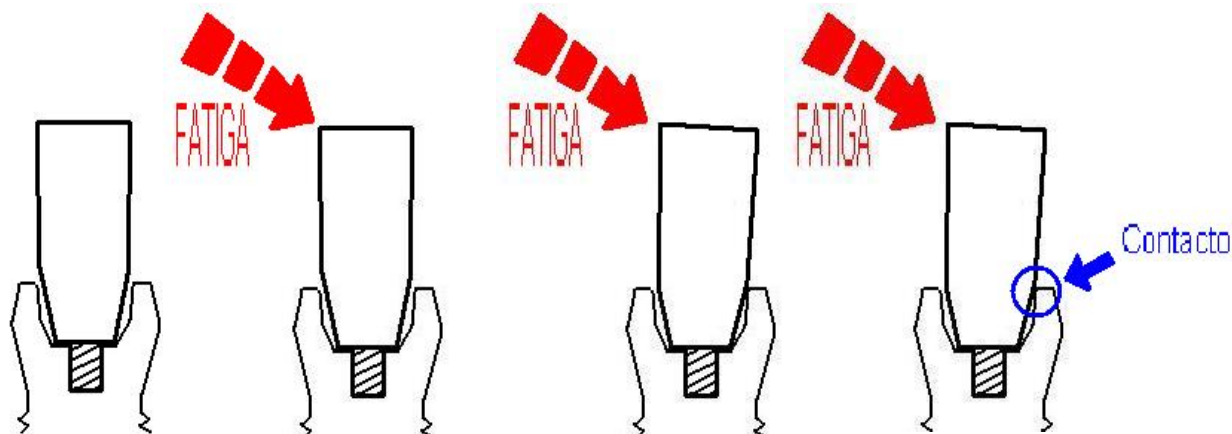
Observación: En el implante que ha sufrido  $F_{max} = 800\text{ N}$ , hay como una zona muy plana en el lado donde se ha empezado la fisura. Parece que este parte se ha roturado muy rápidamente, dejando una superficie muy lisa, como si haya un defecto en la pieza. Este sitio esta marcado con la letra **D**, como defecto.

### **3.1.3.2. Diferentes ordenes de la fatiga**

Como se ha observado mas arriba, distinguimos en las superficies de los implantes fracturados dos zonas distintas de la fatiga: no se exactamente cual es la razón exacta de la presencia de estas dos zonas aunque normalmente tendremos que observar solamente UNA zona de fatiga. Pienso que eso puede venir del diseño del implante.



Al empezar el ensayo, la parte que participa en la resistencia de la cabeza es la parte atornillada, como se puede ver en el esquema siguiente, pero después una cierta deformación, la parte superior del cuerpo inferior del implante participa de manera muy importante en la resistencia.

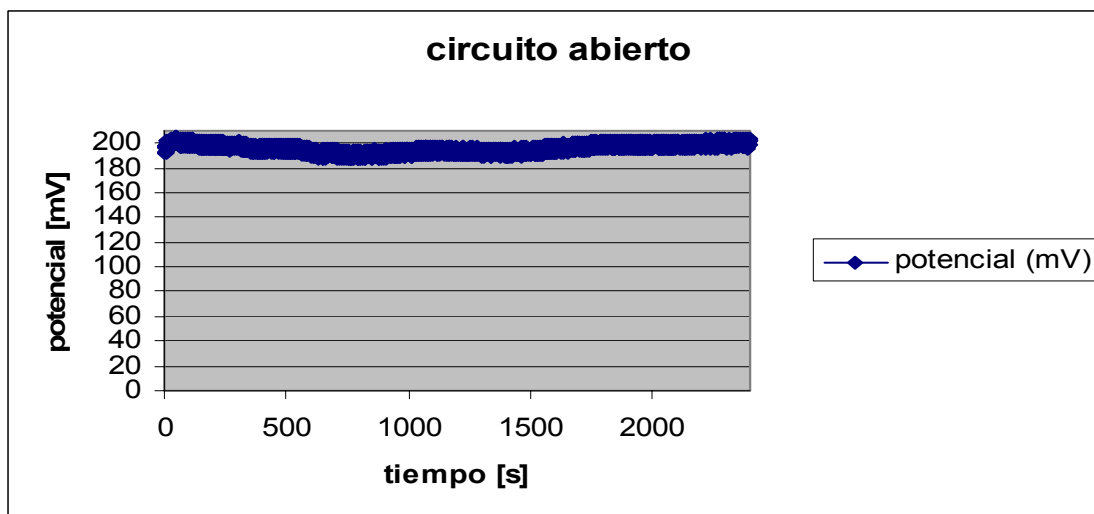


Pienso que puede ser que es por esta razón que distinguimos dos zonas diferenciadas de fatiga, la segunda apareciendo cuando la influencia de la parte superior del cuerpo del implante toma una parte primordial en la resistencia a la fatiga. Sería por eso que vemos una distinción entre las 2 zonas de fatiga.

### 3.1.4. Comportamiento electroquímico

#### 3.1.4.1. Circuito abierto

La tabla siguiente muestra la curva  $E = f(t)$  para nuestro implante de Ti cp El  $E_{\text{corr}}$  está, aproximadamente de 195 mV.



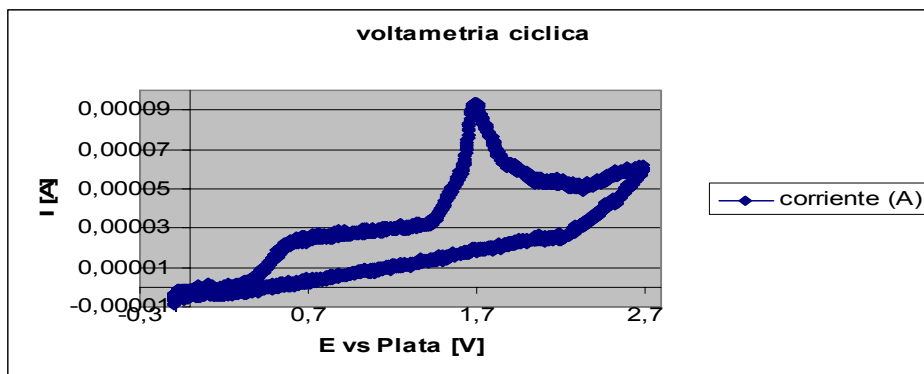
Curva de circuito abierto





### 3.1.4.2. Voltametría cíclica

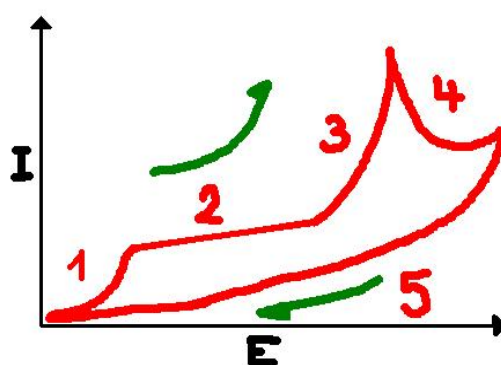
En la Figura más abajo se muestra los resultados obtenidos para el ensayo de VC. El material estudiado, muestra una gran capacidad de repasivación, como demuestra la rápida caída en la corriente, hasta alcanzar valores nulos, al revertir el ciclo de polarización, es decir, en la rama de avance hacia potenciales más nobles.



Curva de voltametría cíclica

Parece que este implante tiene muy buenas propiedades de resistencia a la corrosión porque tiene la capacidad de pasivarse y reestructurarse con altas diferencias de potencial aplicadas.

Vamos a estudiar los diferentes partes de nuestra curva de voltametría:



1. pasivación
2. reestructuración :  
-estoequiometrica  
-cristallografia
3. nuevo estado de estabilización electroquímica
4. disociación del agua
5. repasivación

Representación esquemática de las diferentes zonas de la curva de voltametría cíclica



La excelente resistencia a la corrosión del titanio es una consecuencia de la formación en la superficie del metal de películas de óxido protectora, muy estable, continuo, y altamente adherente. Porque el titanio es altamente reactivo y tiene una afinidad extremadamente alta para el oxígeno, esta película superficial de óxido beneficioso se forma espontáneamente e inmediatamente cuando las superficies frescas del metal se exponen al aire y/o a la humedad. En hecho, una capa de óxido deteriorada puede generalmente regenerarse instantáneamente si por lo menos los rastros del oxígeno o del agua están presentes en el ambiente. Sin embargo, las condiciones anhidras en ausencia de una fuente del oxígeno pueden dar lugar a la corrosión del titanio, porque la película protectora no puede ser regenerada si está dañada.

La naturaleza, la composición, y el espesor de los óxidos superficiales protectores que se forman en las aleaciones de titanio dependen de condiciones ambientales. En nuestro ambiente acuoso (solución Ringer's), el óxido es típicamente  $\text{TiO}_2$ , pero puede consistir en las mezclas de otros óxidos de titanio, incluyendo  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Ti}_2\text{O}_3$ , y la oxidación de  $\text{TiO}$ . La oxidación de alta temperatura tiende a promover la formación de la forma químicamente resistente, altamente cristalina de  $\text{TiO}$ , conocida como rutilo, mientras que temperaturas más bajas generan a menudo la forma más amorfa de  $\text{TiO}$ , de anatasa, o de una mezcla del rutilo y de la anatasa.

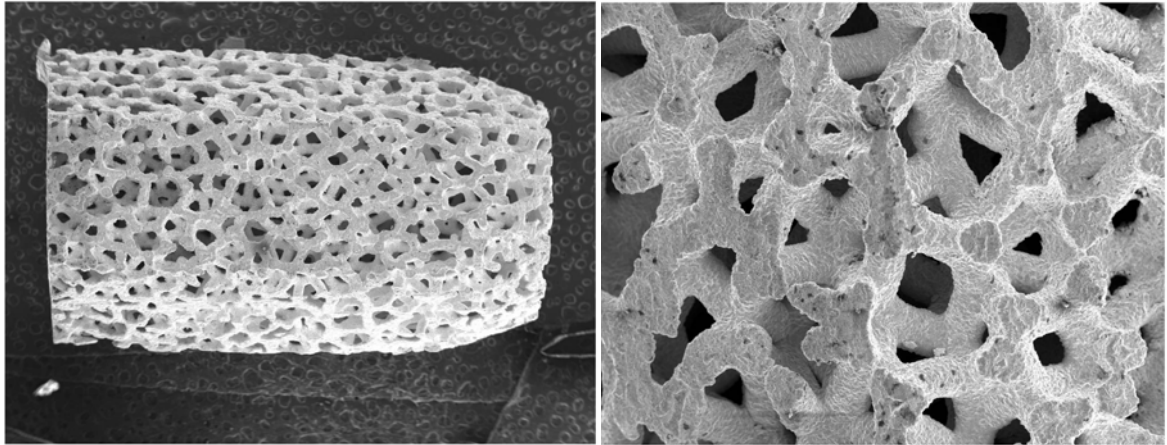
Aunque estas películas formadas naturalmente hacen típicamente menos de 10 nm de espesor y son invisibles al ojo, el óxido  $\text{TiO}$  es altamente químicamente resistente y es atacado por muy pocas sustancias, incluyendo caliente, concentrado  $\text{HCl}$ , el  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , el  $\text{NaOH}$ , y (lo más notablemente posible) el  $\text{HF}$ . Este óxido superficial fino es también una barrera altamente eficaz al hidrógeno.



## 3.2. Implantes de tántalo

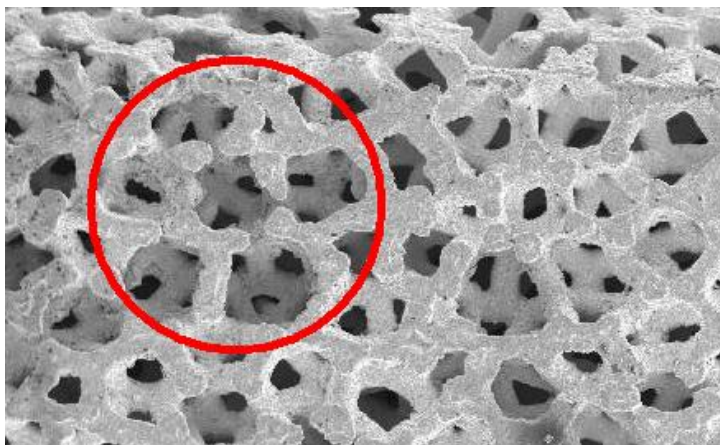
### 3.2.1. Macroestructura

Hemos hecho observaciones al SEM para dar una buena representación de la macroestructura de nuestro material poroso. Son muestradas en las fotos siguientes:



*Micrografías mostrando la macroestructura de un trozo del implante*

Como este material se forma por infiltración de vapor química de tántalo sobre una macroestructura de carbón, la morfología de la configuración final del puntal es controlada en gran parte por la formación del material original de la espuma de polímero. Había una cierta variación en el diámetro de los poros de nuestra muestra. El cuadro siguiente (muestra extraída de la primera micrografía mas arriba) demuestra que, mientras que la mayoría de la macroestructura es absolutamente regular, pequeñas áreas de vacíos fueron identificadas en algunos sitios de las muestras. Porque la estructura es tridimensional, no era posible determinarse si las áreas de este tipo estaban presentes en cantidad importante o no.

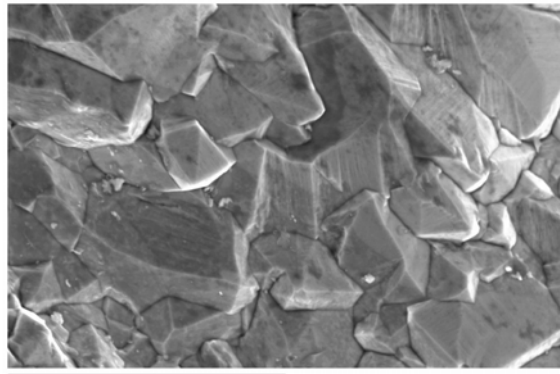
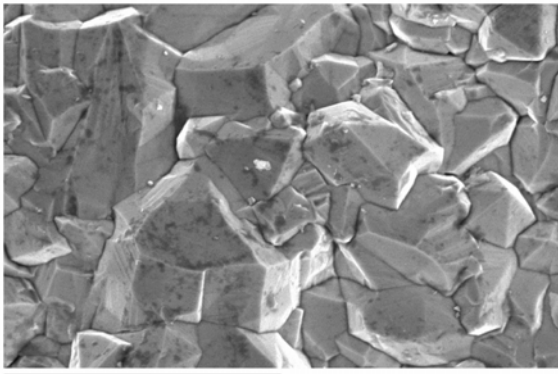
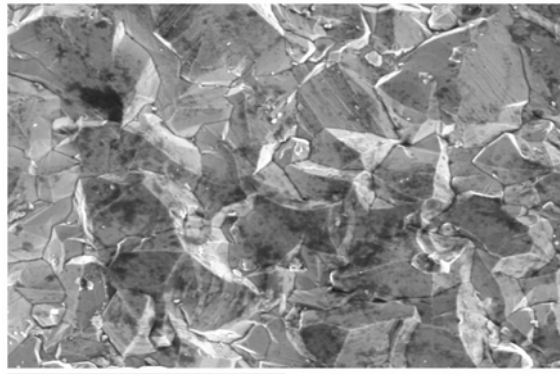
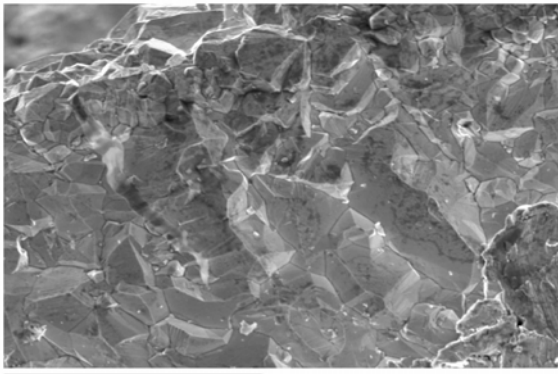


*Micrografía mostrando un vacío en la estructura tridimensional*



### 3.2.2. Microestructura

La morfología superficial también aparecía tener áreas grandes, donde una morfología cristalina se podría identificar. Examinamos el tamaño y la colocación de los cristales, se observa que la microestructura del implante es constituida de varias capas de cristales, que deben proceder de varias capas diferentes de la deposición de vapor química de las cuales ignoramos los detalles.

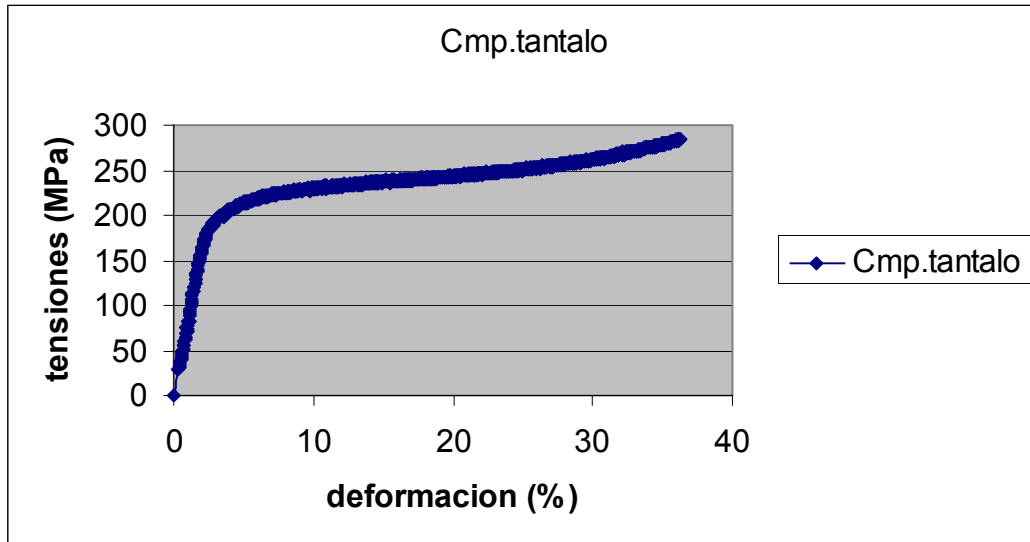


*Micrografías de la microestructura de las barras de tantalita que constituyen la macroestructura del implante*



### 3.2.3. Propiedades mecánicas

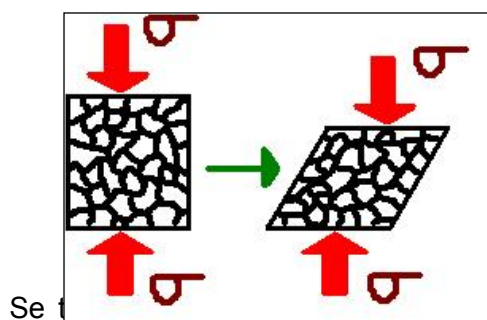
#### 3.2.3.1. Compresión



*Curva de compresión del tantalita porosa*

Durante el ensayo de compresión, no había rotura, porque el implante ha continuado deformarse plásticamente. Hemos parado la máquina después una deformación de 36,3 %. Eso muestra que este material está muy dúctil.

Un examen de la parte inicial lineal de la curva de compresión nos permite de calcular el módulo de Young del material poroso. Encontramos un módulo de Young  $E = 7,735 \text{ GPa}$ . Durante este ensayo, el implante no se ha deformado paralelamente al eje de las tensiones. Después 36,3 % de deformación, el implante hacía un ángulo agudo con el horizonte, como se lo muestra en el esquema siguiente:



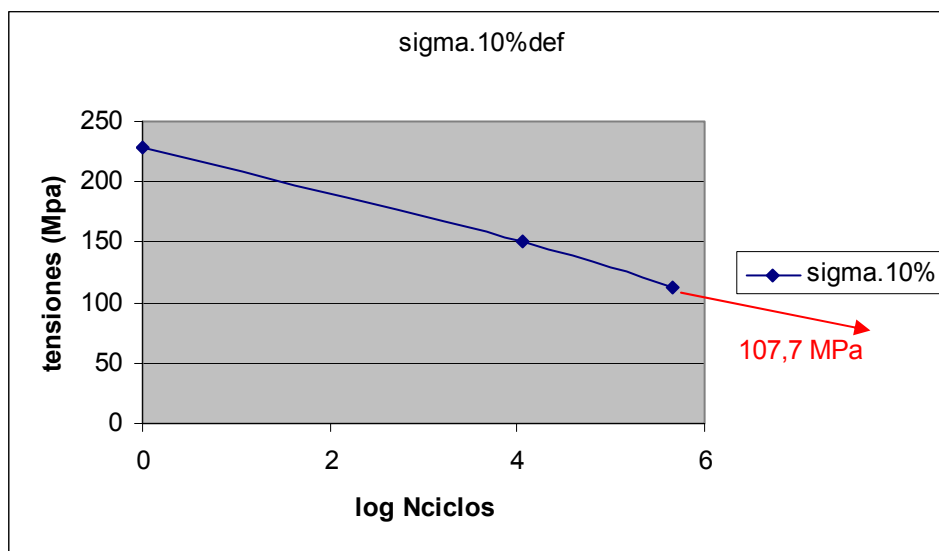
*Esquema de la deformación que ha sufrido el implante durante el ensayo de compresión*

Se debe tener en cuenta que la estructura porosa facilita este fenómeno. La estructura porosa facilita este fenómeno.



### 3.2.3.2. Fatiga

La reexaminación con la lupa de la superficie de fractura revela que la fractura de las barritas había ocurrido en los nodos de sus intersecciones. Podemos ver también que muy pocas barritas se han roto. Parece que se han roto según un plan. Para la fatiga, los valores de las tensiones soportadas por la muestra en cada carga sucesiva eran  $\sigma = F/S$ , y los resultados fueron trazados como una curva S/N.

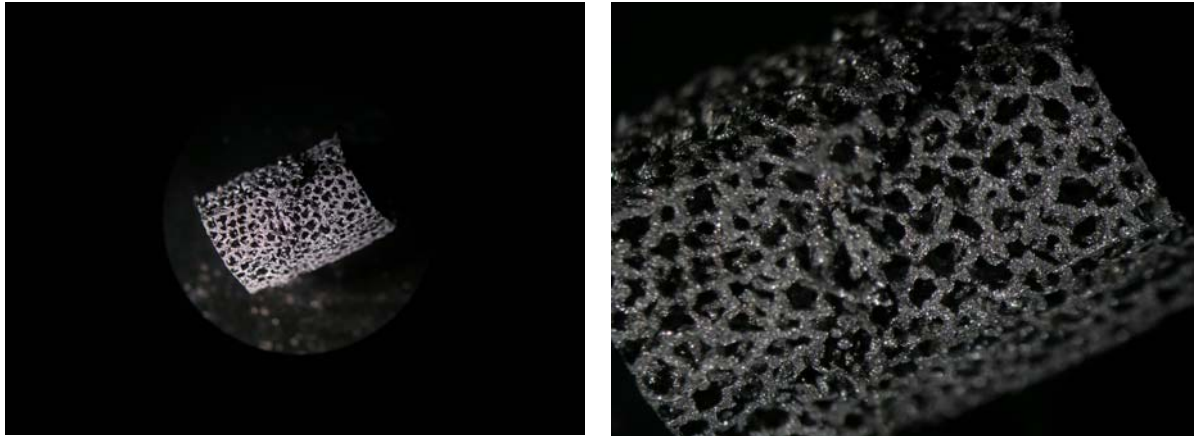


*Curva S-N del tántalo poroso*

Con el sistema de límite de fatiga, la fijamos a  $10^6$  ciclos. Los resultados demostraron un límite aproximado de resistencia a la fatiga de 107.7 Mpa, como se puede ver en la curva S-N mas arriba. Este material se usara como andamio de tejido fino que promueva el crecimiento dirigido del hueso. Su ductilidad es superior a las alternativas como hueso, y otros materiales que naturalmente se utilizan para esta aplicación como la cerámica y los compuestos. Otros estudios indican que las características mecánicas del varían perceptiblemente. Esta variación es probablemente debida a las diferencias de morfología y de proceso de elaboración. Este material propone un soporte suficiente para muchas cargas fisiológicas, y está además ocurriendo el crecimiento del hueso y parece ciertamente superior, en esta competencia, al hueso "cancellous" o cortical. No hay otro metal de este tipo con cual se podría hacer la comparación. Las propiedades de este material varían más aun cuando no se controlan perfectamente el espesor y la estructura del tántalo poroso CVD. Cuando están características serán controladas con mas precisión, las propiedades del Tántalo poroso serán menos dispersadas y previsibles.







*Observación con la lupa del implante fracturado*

**Observación:**

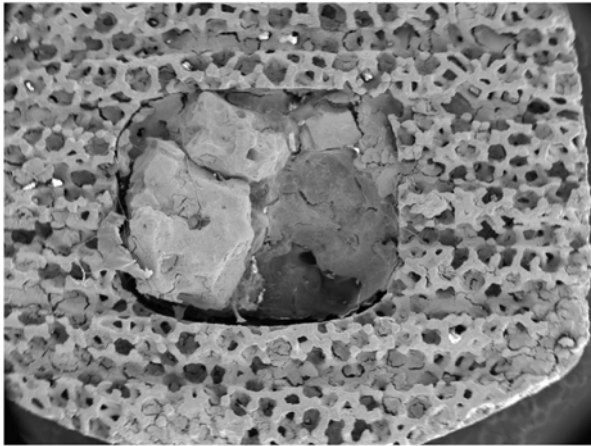
De todas las probetas, una se ha fracturado, la fractura pudiendo ser debida a un defecto, como un vacío en la macroestructura. La evaluación con la lupa indica la ruptura debida a la fisuración de las barritas, y sigue un plano que no corresponde especialmente al plano de fuerza<sub>max</sub>, pero al de las tensiones maximales. La examinación visual de esta muestra que ha sufrido la fatiga demuestra su derrumbamiento. La examinación de la estructura en su totalidad, y en las barritas individuales no demuestra el derrumbamiento de la estructura perpendicularmente a la dirección de la carga, y tampoco barritas individuales. Además, ninguna gruesa fractura gruesa, con la separación completa de las barritas individuales ha llegado. Estas observaciones atestiguan de la ductilidad de la estructura en su totalidad durante la deformación.

### **3.2.4. Estudio de la osteointegración**

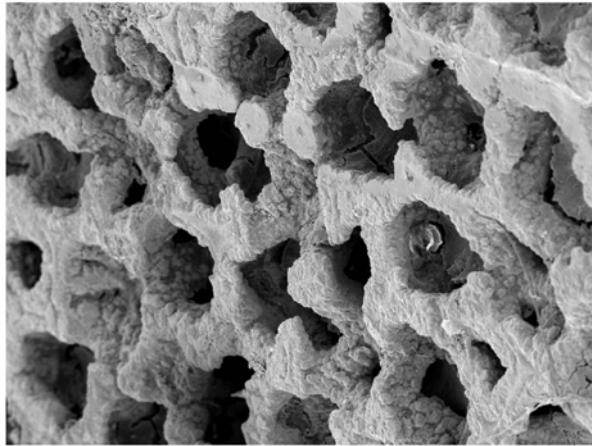
Hemos estudiado implantes de titanio poroso que han quedado en el cuerpo humano durante 14 días, y que fueron sacados para examinarlos.

Desde un punto de vista macroscópico, podemos observar que el implante se ha recubierto en gran parte con hidroxapatita (HA):



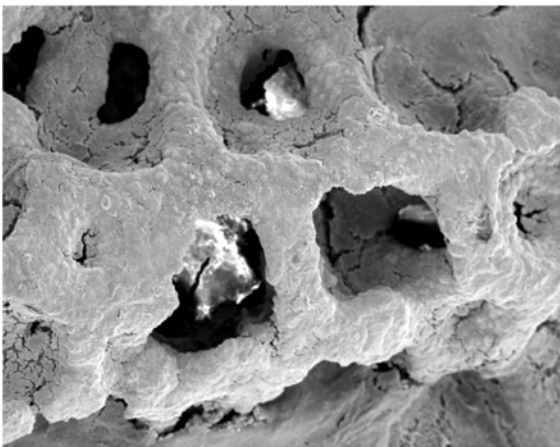


*Implante que ha pasado una temporada en el cuerpo humano*

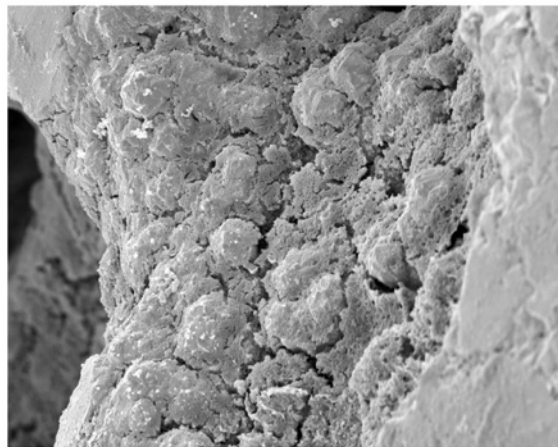


*Implante recubierto en grande parte por HA*

Vamos a acercarnos de la microestructura para ver el nivel de recubrimiento que se ha desarrollado :



*Con mas precisión...*



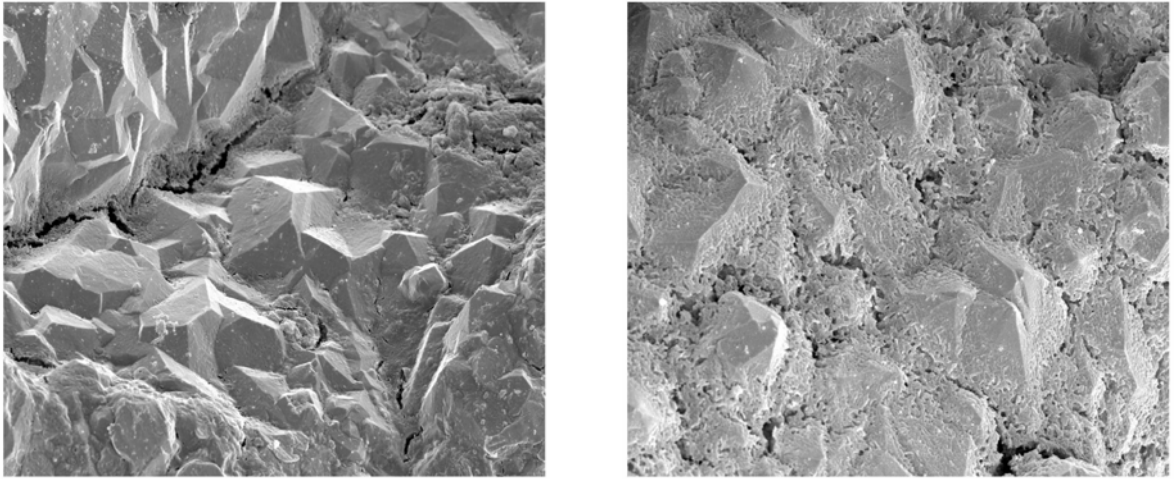
*A un nivel microestructural*

Al examinar el recubrimiento con mas precisión, se observa que el recubrimiento no esta muy uniforme, pero que hay como fisuraciones de la capa de HA. Eso viene del hecho que las propiedades del implante y del recubrimiento no son las mismas. Entonces, el implante podrá sufrir tensiones y deformaciones sin problema, cuando el recubrimiento va a agrietarse para las mismas solicitaciones.



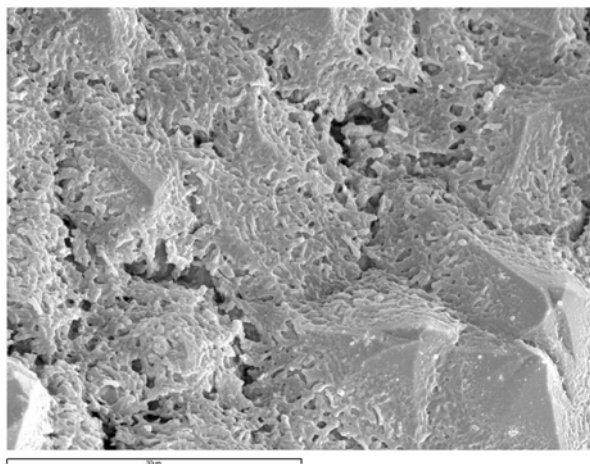


Vamos a observar la osteointegración al nivel de los cristales:



Comparación de dos zonas de osteointegración al nivel microscópico

La comparación de estas dos zonas del implante demuestra que la osteointegración, mientras que sea excelente, no está completa y puede mostrar irregularidades, como lo muestran las dos micrografías más arriba. En la primera micrografía, no hay mucho recubrimiento, y en la segunda, el recubrimiento parece mucho más adelantado. Parece que las partículas de HA tienen la tendencia de formar puentes entre los cristales de tantalito.



Puentes de HA



Una ampliación de esta zona confirma esta hipótesis. La HA tiene una estructura tridimensional que nos recordé la del tántalo poroso, pero en una otra escala. Parece que tiene la tendencia de formar una red por encima del tántalo.

Los resultados clínicos preliminares para este tántalo poroso indican que el implante puede sustituir o aumentar las partes hueso-deficiente o ausente y proporcionar con éxito una plataforma estable sobre la cual una subestructura de HA se puede fijar. Una otra ventaja es que la condición clínica preoperative de pacientes es pobre. Aunque algunos de los pacientes continúan teniendo dolor residual, la función y el resultado clínicos están mejorados día tras día.



## **4. Conclusión**

La reposición de las piezas dentales alcanza hoy en día un alto grado de perfección con la colocación de los implantes dentales que imitan perfectamente la estructura del diente (raíz y corona) y es, por tanto, la rehabilitación más natural.

Los implantes dentales son en titanio, un metal noble que presenta como principales características tener una resistencia a la corrosión excepcional y entonces ser bien tolerado por el organismo y tener capacidad de integrarse en el hueso no existe la probabilidad de que causen una respuesta antígeno-anticuerpo que pudiera ocasionar un rechazo similar al que ocurre a veces en los trasplantes de corazón y de riñones.

Ya que el titanio es biocompatible no existe rechazo a los implantes, es decir no produce ninguna reacción en nuestro organismo; sin embargo se pueden perder los implantes si se produce una infección o si se le obliga a soportar más carga de la que deben. En manos experimentadas el porcentaje de éxito se acerca al 100%.

El tántalo poroso es un nuevo biomaterial. Se emplea desde hace décadas en la producción de catéteres, y que consigue una mayor osteointegración que otros materiales. Hace cinco años que se nota un incremento en la utilización del tantalo poroso para la fabricación de prótesis. Eso es la consecuencia directa de una mejor osteointegración frente a otros materiales. Javier Gil se refirió a este nuevo biomaterial y su utilidad como posible sustituta de los tradicionales empleados en la fabricación de prótesis, dado que, entre otras ventajas, el tantalo evita la necesidad de utilizar recubrimientos. A lo largo de los años de estudio hemos visto que la fijación conseguida con tantalo supera la de otros materiales, con un buen mantenimiento de la densidad ósea.

El tántalo poroso se perfila como el material del futuro para prótesis.



## Bibliografía

### **Influence of the different behaviour at tension and compression on density distribution of porous metals**

[Bontcheva, N.](#), Zeitschrift fuer Angewandte Mathematik und Mechanik, ZAMM, Applied Mathematics and Mechanics, v 77, n Suppl 1, 1997, p S47

### **Influence of compression on the yielding of porous materials**

[Stahlberg, U.P.A.](#) (Royal Inst of Technology); [Keife, Hans](#)

International Journal of Powder Metallurgy (Princeton, New Jersey), v 27, n 3, Jul, 1991, p 217-225

### **Effects of Loading Frequency Changes on Fatigue Strength of Titanium Dental Implants**

[D.A. RUNYAN](#), and G.A. THOMPSON, US Army Dental Research Detachment, Great Lakes, IL, USA

### **A New Ti-15Zr-4Nb-4Ta alloy for medical applications**

Yoshimitsu Okazaki, Mechanical Engineering Laboratory , Agency of Industrial Science and Technology , Ministry of International Trade and Industry , 1- 2 Namiki ,Tsukuba , Ibaraki 305- 8564, Japan

### **Effects of microstructure on the short fatigue crack initiation and propagation characteristics of biomedical alpha-beta titanium alloys**

Toshikazu Akahori; Mitsuo Niinomi; Kei-Ichi Fukunaga; Ikuhiro Inagaki

Metallurgical and Materials Transactions; Aug 2000; 31A, 8; ProQuest Science Journals pg. 1949



### **Fatigue Properties of Nickel Titanium for use as an Biomedical Implant Material**

Jeff Tyber and Ken Gall, Department of Mechanical Engineering, University of Colorado, Boulder, USA

### **Microstructure and mechanical properties of pure titanium models**

E C Santos; K Osakada; M Shiomi; Y Kitamura; F Abe

Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers; Jul 2004; 218, C7; ProQuest Science Journals pg. 711

### **Microstructure and properties of titanium alloy produced with the metallurgy powders process**

Takahiro Fujita, Atsushi Ogawa, Chiaki Ouchi, Hidenori Tajima

Materials science and Engineering A213 (1996) 148-153

### **Recent metallic materials for biomedical applications**

Mitsuo Niinomi

Metallurgical and Materials Transactions; Mar 2002; 33A, 3; ProQuest Science Journals pg. 477

### **Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys**

G. Eggeler., E. Hornbogen, A. Yawny<sup>1</sup>, A. Heckmann, M. Wagner

Institut für Werkstoffe, Ruhr-Universität Bochum, Universitätsstrasse 150 44780 Bochum, Germany

Materials Science and Engineering A 378 (2004) 24–33



### **Study of transformation behavior in a Ti–4.4 Ta–1.9 Nb alloy**

R. Mythili, V. Thomas Paul, S. Saroja, M. Vijayalakshmi., V.S. Raghunathan

Physical Metallurgy Section, Materials Characterization Group, Indira Gandhi Centre for Atomic Research, Kalpakkam 603102, India

Materials Science and Engineering A xxx (2004) xxx–xxx

### **The effects of loading waveform and microstructure on the fatigue response of Ti–6Al–2Sn–4Zn–2Mo alloy**

A. A. SHANIAVSKI, State Center for Safety of Civil Aviation Flights, 103340 Moscow, Russia

### **Titanium alloys in total joint replacement—a materials science perspective**

Marc Long, H.J. Rack, School of Chemical and Materials Engineering, Clemson University, Clemson, SC 29634, USA

Biomaterials 19 (1998) 1621–1639

### **A New Porous Tantalum Biomaterial: Experimental Studies**

Michael Tanzer, M.D., F.R.C.S.(C), Director Orthopaedic Group, Associate Professor,

Department of Surgery, McGill University, Montreal, Quebec

### **Bone ingrowth characteristics of porous tantalum and carbon fiber interbody devices: an experimental study in pigs**

Xuenong Zou, MDa,c,\* , Haisheng Li, MDa, Mathias Buehner, MSa, Niels Egund, MD, DMScb, Martin Lind, MD, PhD, DMSc, Cody Buehner, MD, DMSc

The Spine Journal 4 (2004) 99–105

### **Characteristics of bone ingrowth and interface mechanics of a new porous tantalum foam**



J D Bobyn; G J Stackpool; S A Hacking; M Tanzer; J J Krygier

Journal of Bone and Joint Surgery; Sep 1999; 81, 5; ProQuest Medical Library pg. 907

**Cyclic plastic deformation of tantalum and niobium at very high numbers of cycles**

M. Papakyriacou a,b, H. Mayer a,\*, H. Plenk Jr c, S. Stanzl-Tschegg a

Materials Science and Engineering A325 (2002) 520–524

**Forming and bending of metal foams**

Nebosky P, Tyszkla D, Niebur G, Schmid S

MATERIALS PROCESSING AND DESIGN: MODELING, SIMULATION AND APPLICATIONS, PTS 1 AND 2 712: 1496-1501, 2004, AIP CONFERENCE PROCEEDINGS

Ghosh S, Castro JM, Lee JK

**Structure, Metallurgy, and Mechanical Properties of a Porous Tantalum Foam**

Lyle D. Zardiackas, Douglas E. Parsell, Lance D. Dillon, Darrell W. Mitchell, Laura A. Nunnery, Robert Poggie

School of Dentistry/Biomaterials, University of Mississippi Medical Center, 2500 North State Street, Jackson, Mississippi 39216

**Revision and Salvage Patellar Arthroplasty Using a Porous Tantalum Implant**

Sam Nasser, MD, PhD\*†, and Robert A. Poggie, PhD‡§

The Journal of Arthroplasty Vol. 19 No. 5 2004

**Preparation of calcium phosphate coating on porous tantalum**

H. B. WEN, R. A. J. DALMEIJER, F. Z. CUI , C. A. VAN BLITTERSWIJK, K. DE GROOT



JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE LETTERS 17 (1998) 925±930

### **Fractura De Materiales**

Ing. Ricardo Echevarria LAB. de E.N.D. – F.I.- UNIV. NAC. COMAHUE AÑO 2003

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL COMAHUE Facultad de Ingenieria Laboratorio de Ensayos  
No destructivos

### **Structural and electrochemical examinations of PACVD TiO<sub>2</sub> films in Ringer solution**

J. Gluszek, J. Masalski, P. Furman and K. Nitsch\*

Biomaterials 18 (1997) 789-794 0 1997

### **Electrochemical corrosion of titanium and titanium-based alloys**

Chotiros Kuphasuk, Yoshiki Oshida, Carl J. Andres, Suteera T. Hovijitra, Martin T. Barco, and David T. Brown, School of Dentistry, Indiana University, Indianapolis, Ind.

### **ESTUDO DO BIOMATERIAL Ti-6Al-4V EMPREGANDO-SE TÉCNICAS ELETROQUÍMICAS E XPS**

Ivan Ramires e Antonio Carlos Guastaldi

Instituto de Química de Araraquara, Universidade Estadual Paulista, CP 355, 14801-970  
Araraquara – SP

Quim. Nova, Vol. 25, No. 1, 10-14, 2002

### **Fibrous tissue ingrowth and attachment to porous tantalum**

S.A. Hacking,1,2,4 J.D. Bobyn,1-4 K.-K. Toh,1 M. Tanzer,1-3 J.J. Krygier1





**Biocompatibility and osteogenesis of refractory metal implants, titanium, hafnium, niobium, tantalum and rhenium**

Hironobu Matsuno, Atsuro Yokoyama, Fumio Watari, Motohiro Uo, Takao Kawasaki

Biomaterials 22 (2001) 1253 1262

<http://www.implantdent.net/>

<http://www.klocknerimplantsystem.com/esp/index.php>

<http://www.tupediatra.com/temas/tema179.htm>

[http://www.pulevasalud.com/subcategoria.jhtml?ID\\_CATEGORIA=2867&RUTA=1-747-380-101567-2867&ABRIR\\_SECCION=747#](http://www.pulevasalud.com/subcategoria.jhtml?ID_CATEGORIA=2867&RUTA=1-747-380-101567-2867&ABRIR_SECCION=747#)

